

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní



DIPLOMOVÁ PRÁCE

**Možnosti vytvoření diamantových vrstev na slitinách hliníku pro
technické použití**

**Possibility of production carbon coatings on aluminium alloys for
technical application**

Liberec 2008

Tomasz Trojan

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálu

Studijní program: M 2031 Strojní inženýrství
Obor: 2303 T 002 Strojírenská technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství

Možnosti vytvoření diamantových vrstev na slitinách hliníku pro technické použití

Possibility of production carbon coatings on aluminium alloys for technical application

Tomasz Trojan

KMT – 245

Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.

Konzultant diplomové práce: dr hab. inž. Piotr Niedzielski – TU Łódź

Rozsah práce a příloh:

Počet stran: 69

Počet tabulek: 20

Počet obrázků: 50

Datum: 21.05.2008



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálu

Studijní rok: 2006/07

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení

Tomasz TROJAN

studijní program

M 2301 Strojní inženýrství

obor

2303 T 002 Strojírenská technologie

zaměření

Materiálové inženýrství

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje diplomová práce na téma:

Možnosti vytvoření diamantových vrstev na slitinách hliníku pro technické použití

Zásady pro vypracování:

(uveďte hlavní cíle magisterské práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Seznamte se s možnostmi povrchové modifikace hliníkových slitin.
2. Charakterizujte metody RF PACVD, MW/RF PACVD a RF PACVD/DC pro získání diamantu podobných vrstev.
3. Charakterizujte vybrané vlastnosti vrstev na vytvořených vzorcích.
4. Na základě výsledků proved'te jejich diskusi formulujte závěry.

- průvodní zpráva v rozsahu 40 - 50 stran
- přílohy

Seznam literatury (uveďte doporučenou odbornou literaturu):

- [1] DOBRZAŃSKI L. A. *Materiały inżynierskie i projektowanie materiałowe. Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*. WNT. Warszawa 2006
- [2] MICHNA Š. *Encyklopedie hliníku*. Prešov 2005
- [3] BATORY D., CŁAPA M., MITURA S. *Warstwy gradientowe Ti:C wytwarzane w plazmie RF PACVD z udziałem rozpylania magnetronowego*. Inżynieria materiałowa nr5/2006
- [4] KACZOROWSKI W., NIEDZIELSKI P., MITURA S. *Warstwy węglowe wytwarzane w plazmie MW/RF*. Inżynieria materiałowa nr5/2006
- [5] RAVI N., BUKHOVETS V.L., VARSHAVSKAYA I.G. SUNDARARAJAN G. *Deposition of diamond-like carbon films on aluminium substrates by RF-PECVD technique: Influence of process parameters*. Diamond & Related Materials 16 (2007) 90–97

Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.

Konzultant diplomové práce: dr hab. Piotr Niedzielski - TU Łódź

L.S.

doc. Ing. František STUCHLÍK, CSc.
vedoucí katedry

prof Ing. Petr LOUDA, CSc.
děkan

V Liberci dne 31.03.2008

Plánůsi zadání diplomové práce je 15 měsíců od výše uvedeného data (v uvedené lhůtě je třeba podat přihlášku ke SZZ). Termíny odevzdání diplomové práce jsou určeny pro každý studijní rok a jsou uvedeny v harmonogramu výuky.

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálu

Studentská 2, 461 17 Liberec

ANOTACE

Diplomant: Tomasz Trojan
Studijní program: M 2301 Strojní inženýrství
Obor: 2303 T 002 Strojírenská technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství

Téma práce:

Možnosti vytvoření diamantových vrstev na slitinách hliníku pro technické použití

Possibility of production carbon coatings on aluminium alloys for technical application

Číslo diplomové práce: KMT – 245
Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc.
Konzultant diplomové práce: dr hab. inž. Piotr Niedzielski – TU Łódź

Klíčová slova: hliník, uhlíkové vrstvy, povrchové úpravy
Key words: aluminium, carbon coatings, surface modifications

ANOTACE

Tato diplomová práce se zabývá modifikací povrchu hliníkových slitin pomocí vrstev podobných diamantu. Teoretická část popisuje hliník jako konstrukční materiál a prezentuje různé druhy horních technologických vrstev používaných hlavně jako ochrana proti opotřebení. Byla také prezentována otázka tribologických zkoušek a některé metody CVD pro vytváření uhlíkových vrstev. Pokusná část obsahuje provedený výzkum a shrnutí výsledků výzkumu, na jejichž základě můžeme definovat mechanické a tribologické vlastnosti vytvořených vrstev a podat charakteristiku materiálové kombinace, jakou je hliníkový podklad a vrstva podobná diamantu.

ABSTRACT

This M.A. thesis presents the aluminium alloys surfaces modification by carbon coatings. The theoretical part describes aluminium as a technological material and shows various technological superficial layers which serve mainly as wearing protection. The problem of tribological research and some CVD methods of carbon layers production are also presented. The experimental part includes the descriptions of the tests and their results. On the basis of obtained results it is possible to define mechanical and tribological features of produced layers as well as to characterize the combination of materials: aluminium basis and carbon coatings.

STRESZCZENIE

Niniejsza praca magisterska zajmuje się modyfikacją powierzchni stopów aluminium przez warstwy diamentopodobne. Część teoretyczna opisuje aluminium jako materiał inżynierski i przedstawia różnego typu technologiczne warstwy wierzchnie stosowane głównie jako zabezpieczenie przeciwzużyciowe. Przedstawiono także zagadnienie badań tribologicznych oraz niektóre metody CVD wytwarzania warstw węglowych. Część doświadczalna zawiera przeprowadzone badania oraz zestawienie wyników badań, na podstawie których można określić właściwości mechaniczne i tribologiczne wytworzonych warstw oraz scharakteryzować zestawienie materiałowe jakim jest podłoże aluminiowe i warstwa diamentopodobna.

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vznikly na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum:

Podpis:

Poděkování:

Srdečně děkuji prof. RNDr. Stanisławowi Miturze za veškerou podporu a pomoc během mého zahraničního pobytu v Liberci a prof. Ing. Petru Loudovi CSc. a dr hab. Piotrowi Niedzielskiemu za cenné pokyny a čas, který mi věnoval během psaní této práce. Mé poděkování patří také dr inž. Jackowi Grabarczykowi, dr inž. Witoldowi Kaczorowskiemu, mgr inž. Zbyszkowi Rożkowi, Ing. Mateuszowi Fijałkowskiemu, Ing. Davidu Pospíšilovi, mgr inž. Dawidowi Batoremu, mgr Witoldowi Szymańskiemu za pomoc při přípravě pokusné části a cenné rady.

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

PVD	<i>ang. Physical Vapour Deposition</i>	Fyzická depozice z plynné fáze
CVD	<i>ang. Chemical Vapour Deposition</i>	Chemická depozice z plynné fáze
PA	<i>ang. Plasma assisted</i>	Podporované plazmou
RF	<i>ang. Radio frequency</i>	Rádiová frekvence
MW	<i>ang. Microwave frequency</i>	Mikrovlna frekvence
MS	<i>ang. Magnetron sputtering</i>	Magnetronové rozprašování
CNC	<i>ang. Computerized Numerical Control</i>	Číslicové řízení
MIG	<i>ang. Metal Inert Gas</i>	Svařování v ochranné atmosféře inertního plynu
PTFE	$[-CF_2-CF_2-]_n$	Polytetrafluoretylen (teflon)
DLC	<i>ang. Diamond Like-Carbon</i>	Uhlíková amorfní vrstva
NCD	<i>ang. Nanocrystalline Carbon</i>	Uhlíková vrstva - průměrná velikost krystalitů cca 100nm
UNCD	<i>ang. Ultrananocrystalline Carbon</i>	Uhlíková vrstva - střední velikost krystalitů cca 10 nm
SCCM	cm^3/min	Centimetr krychlový za minutu
SEM	<i>ang. Scanning electron microscope</i>	Rastrovací elektronový mikroskop
°C	<i>ang. Celsius</i>	Stupeň Celsia
K	<i>ang. Kelvin</i>	Kelvin
Al ₂ O ₃	<i>ang. Corundum</i>	Korund
CH ₄	<i>ang. Methane</i>	Methan
HV	<i>ang. Vickers hardness</i>	Tvrdost podle Vickerse
HB	<i>ang. Brinell hardness</i>	Tvrdost podle Brinella
E	<i>ang. Young's modulus</i>	Youngův modul

OBSAH:

I. ÚVOD.....	12
II. TEORETICKÁ ČÁST.....	14
2.1. Hliník a jeho slitiny	14
2.1.1. Druhy hliníku	14
2.1.2. Fyzikální a mechanické vlastnosti hliníku.....	14
2.1.3. Postavení hliníku v technice	16
2.1.4. Použití hliníku v automobilovém průmyslu.....	17
2.1.4.1. Příklady hliníkových součástek používaných v automobilech ...	18
2.2. Otázky spojené s modifikací povrchu na příkladu hliníku.....	21
2.2.1. Anodická oxidace	21
2.2.1.1. Typy anodické oxidace	22
2.2.1.2. Příklad stanoviště a parametry anodické oxidace typu III	24
2.2.2. Uhlíkové vrstvy.....	25
2.2.2.1. Vlastnosti vrstev podobných diamantu a možnosti jejich využití.....	26
2.2.3. Kompozitní vrstvy	27
2.2.3.1. Vrstvy s obsahem uhlíku podobného diamantu	27
2.2.3.2. Vrstvy získané s využitím galvanické technologie a CVD a PVD.....	29
2.2.4. Tribologie – zkušební metody	31
2.3. Vybrané metody modifikace vrchní vrstvy	33
2.3.1. Plazmová metoda ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD	33
2.3.2. Metoda magnetronového rozprašování ve vysokofrekvenčním poli RF- PACVD/DC	34
2.3.3. Plazmová metoda v dvoufrekvenčním poli MW/RF-PACVD	35
III. PRAKTICKÁ ČÁST.....	36
3.1. Charakteristika vzorků: AlCu4PbMg oraz AlSi9Cu3	36
3.1.1. Kontrola struktury a tvrdosti materiálu.....	37
3.1.2. Kontrola drsnosti povrchu vzorků před vytvořením vrstvy.....	39
3.1.3. Kontrola koeficientu tření vzorku AlCu4PbMg bez vrstvy (tribologická zkouška „Ball-On-Disc”).....	40

3.2. Zadané parametry během vytváření vrstev	42
3.2.1. Plazmová metoda ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD	42
3.2.2. Metoda magnetronového rozprašování ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD/DC	42
3.2.3. Plazmová metoda ve dvoufrekvenčním poli MW/RF-PACVD	43
3.3. Zkoumání vytvořených vrstev a srovnání výsledků zkoušek	44
3.3.1. Optická mikroskopie	44
3.3.2. Zkoumání drsnosti povrchu	46
3.3.2.1. Zkoumání tloušťky vrstvy s použitím profilometru Hommelwerke Tester T1000	50
3.3.3. Tribologická zkouška – „Ball-On-Disk”	51
3.3.4. Zkouška nanotvrdosti	54
3.3.5. Zkouška adheze – „scratch test”	58
IV. DISKUSE VÝSLEDKŮ A SHRUTÍ	61
V. ZÁVĚR	63
VI. SEZNAM OBRÁZKŮ A TABULEK	64
VII. LITERATURA	67

I. ÚVOD

Každé zařízení, ať jde o složitý stroj nebo jednoduchý nástroj, prochází postupně během let od první konstrukce po nejnovější modely nejrůznějšími proměnami. Optimalizace konstrukce je obvykle spojena s jejím zjednodušením se současným zvýšením užitkových parametrů a často se snížením nákladů.

Nastávající éra informační civilizace jasně definuje své požadavky na dopravu a zejména na motorová vozidla. Motorizace je zde ideálním příkladem technologického pokroku, na jehož bázi lze určovat směry rozvoje inženýrství. Automobily budoucnosti musí být ekologické a ekonomické, a také bezpečné, ať už jde o cestující nebo osoby mimo vozidlo. Modernizace výroby musí usilovat o snížení energetické náročnosti tohoto procesu a, což je nejzajímavější pro konstruktéra v automobilové technologii, je nutno využívat nejnovější technické novinky [1].

Obrovský význam v rozvoji automobilismu má rozvoj nových řešení v oboru materiálového inženýrství a zejména v oborech jeho dynamického rozvoje, ke kterým patří povrchové inženýrství a tribologie. Stav povrchu součástky a především povrchu součástky, která je vystavena tření, má tak veliký význam, protože tření a tribologické opotřebení jsou nejčastější příčinou poškození mechanických zařízení a snížení jejich spolehlivosti. O odolnosti součástí proti povrchovému opotřebení a únavě materiálu rozhoduje stav povrchové vrstvy, která navíc umožňuje dosažení specifických a pro klasické materiály nedosažitelných vlastností. Vhodné naprojektování vlastností povrchové vrstvy při konstruování strojů je součástí snahy o zvýšení trvanlivosti a spolehlivosti, a také snížení nákladů na obsluhu a opravy [2]. Také snížení odporu tření a aplikace povrchových vrstev s vhodnými užitkovými vlastnostmi se současným použitím pokud možno levných materiálů k výrobě jádra součástky může přinést značné ekonomické výhody [3].

Existuje mnoho způsobů modifikace povrchu součástky a velký počet různých druhů vrstev, což umožňuje vybrat nejvhodnější povrch pro dané použití. V posledních letech jsou prováděny práce na vytváření a zdokonalování vrstev podobných diamantu, které se vyznačují velmi vysokou tvrdostí, chemickou inertností, odolností proti opotřebení a nízkým součinitelem tření [4]. Vzhledem k těmto vlastnostem jsou vrstvy podobné diamantu stále častěji využívány ve strojírenském průmyslu, výrobě náradí a zdravotnickém průmyslu [6]. Hlavní faktory určující využití vrstev tohoto typu ve vozidlech nebo strojích, které měly

velký počet třecích uzlů, vyplývají z jejich velmi výhodných tribologických vlastností, rovněž v podmínkách suchého tření [5]. První aplikace byly využity v kusové výrobě sportovních vozidel, později také v širším měřítku, jako vrstvy na ozubená kola v převodovkách, pístních kroužky, součásti rozvodových mechanismů a hlavně pro součásti vstřikovacích systémů [6,7]. Provádějí se také pokusy o získání vrstev podobných diamantu s dobrou přilnavostí k hliníku, jehož atraktivita vyplývá z nízké hustoty a vysoké vlastní odolnosti, a co je velmi důležité, z jeho hojného zastoupení v zemské kůře. Spojení vlastností obou těchto materiálů by mohlo být dobrým řešením pro písty, motorové válce nebo součásti papírenských a textilních strojů [8].

V této práci jsme se pokusili o modifikaci povrchu hliníkových slitin AlCu4PbMg a AlSi9Cu3 (více v kapitole 3.1.) pomocí vrstev podobných diamantu získávaných moderními metodami RF-PACVD, MW/RF-PACVD a RF-PACVD/DC. **Cílem práce je prověření možností povlakování slitin hliníku vrstvami podobnými diamantu a pokusné určení některých jejich vlastností.** Použití moderních výzkumných metod, jako je měření nanotvrdosti nebo zkoušky opotřebení na zkušebním zařízení, dovoluje definovat vlastnosti a stanovit použitelnost obdržené vrstvy.

II. TEORETICKÁ ČÁST

2.1. Hliník a jeho slitiny

2.1.1. Druhy hliníku

Hliník (Al, lat. aluminium) je třetí nejrozšířenější prvek na Zemi, pokud jde o množství. V přírodě se vyskytuje v četných minerálech a jeho hlavní rudou je bauxit. Získávání hutního hliníku z bauxitu spočívá v elektrolýze oxidu Al_2O_3 rozpuštěného v hexafluorohlinitanu sodném. Hliník semůže používat jako čistý kov, avšak používá se hlavně v podobě mnoha slitin. Tepelné obrábění spočívá hlavně v přesycování a stárnutí, v některých případech se také používají různé druhy žhání. Hliníkové slitiny lze různě tvarovat tvářením tlakem nebo odléváním. Tento kov lze také svářet v podmínkách bez přístupu vzduchu a pájet.

Základní rozdělení slitin tohoto kovu vyplývá ze způsobu jejich výroby, jde o hliník pro tvářením tlakem a slévarenský hliník [3].

Slitiny pro tvářením tlakem obsahují max. 5% legovacích přísad, které tvoří hlavně Cu, Mg, Mn a také Si, Zn, Ni, Cr, Ti nebo Li. Používají se ve stlačeném stavu nebo po rekrytalizačním žhání a některé slitiny po disperzním zpevnění [3].

Slévarenské slitiny obsahují 5 až 25% legovacích přísad, hlavně Si, Cu, Mg, Zn, Ni. Tyto slitiny se vyznačují malým smrštěním a dobrou slévatelností [3].

2.1.2. Fyzikální a mechanické vlastnosti hliníku

Hliník je prvek s atomovým číslem 13, jeho atomová hmotnost činí 26,9815. Krystalizuje v plošně centrované mřížce typu Al s parametrem 0,40408 nm. V poměru k nízké hustotě, která činí $2,6989 \text{ g/cm}^3$, se po příslušném zpracování vyznačuje vysokou poměrnou pevností. Hliník se vyznačuje dobrou tepelnou vodivostí a značnou elektrickou vodivostí (65% vodivosti Cu), která se snižuje úměrně s růstem obsahu přísad. Legující prvky v hliníku zlepšují pevnostní vlastnosti při současném snížení tvárnosti. Na vzduchu se hliník pokrývá vrstvičkou oxidu Al_2O_3 , díky které má značnou odolnost proti korozi [3].

Hliník často nahrazuje ocel jako lehčí materiál, má však na rozdíl od oceli nižší součinitel podélné pružnosti (přibližně třikrát). Z toho plyne, že ocelové konstrukce budou třikrát pevnější ve srovnání s rozměrově stejnými dílci vyrobenými z hliníkových slitin. Pevnost nejlepších hliníkových slitin po jejich disperzním zpevnění je značně nižší než pevnost konstrukční oceli, avšak poměr pevnosti k vlastní hmotnosti slitiny je výhodnější u hliníkových slitin [11].

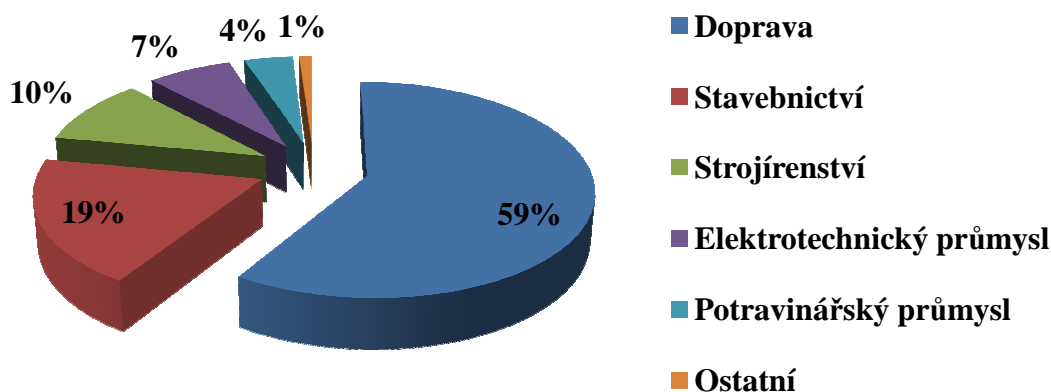
Tab.1. Vybrané vlastnosti hliníku [3]. V závorkách jsou uvedeny maximální hodnoty dosahované některými slitinami [9].

Vlastnost	Hodnota
Hustota při 20°C, [g/cm ³]	2,6989
Teplota tavení [°C]	660,4
Teplota varu [°C]	2494
Tepelná roztažnost [10 ⁻⁶ 1/K]	18
Tepelná vodivost [W/(m·K)]	247
Elektrický odpor [nΩ·m]	0,1145
Mez pevnosti v tahu R _m [MPa]	45 (570)
Mez kluzu R _{p0,2} [MPa]	10 (500)
Tažnost [%]	50
Youngův modul [GPa]	77,75
Tvrдость HB	30

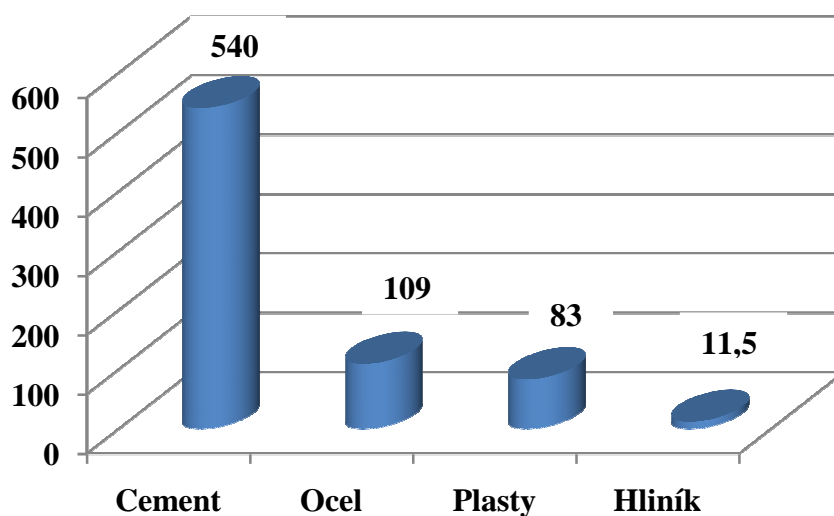
2.1.3. Postavení hliníku v technice

Hliník je kov, který má v technice obrovský význam (druhé místo za železem podle technické využitelnosti). Výroba tohoto kovu na světě nyní činí přibližně 24 milionů tun a více než 7 milionů tun ve formě recyklovaného materiálu [3]. Vzhledem k řadě svých dobrých vlastností se všeobecně používá v různých průmyslových odvětvích:

- Doprava (motorové bloky, nosné konstrukce, karosérie, součásti vybavení)
- Stavebnictví (fasády, okna, různé profily a trubky, součásti interiérů, např. schody)
- Strojírenský průmysl (pláště a součásti přístrojového vybavení, radiátory)
- Elektrotechnika a elektronika (vodiče vysokého napětí, součásti procesorů a tranzistorů)
- Potravinářský průmysl (konzervy a jiné obaly, fólie)



Obr.1. Využití roční světové výroby hliníku v průmyslu [9].



Obr.2. Znázornění velikosti roční výroby čtyř materiálů vyráběných v největším množství na světě. Hodnoty jsou uvedeny v miliónech kubických metrů [38].

2.1.4. Použití hliníku v automobilovém průmyslu

Z celkové výroby hliníku je až 59% určeno pro použití v dopravě a hlavně v automobilovém průmyslu, což je podnětem pro širší popis tohoto tématu.

Stále častější používání lehkých slitin jako jsou hliníkové slitiny je zapříčiněno tendencí ke snižování hmotnosti vozidel. Snížení hmotnosti je cestou k dosažení ještě lepší dynamiky vozidla a nižší spotřeby energie, což je spojeno s ekonomickým prospěchem a také s nižšími emisemi škodlivého CO₂ [9].

K důležitým vlastnostem hliníkových slitin v masové výrobě je možnost jejich snadného tváření a snadné lití. Největší význam má výroba odlitků pod tlakem (největší množství hliníku v automobilech se vyskytuje ve formě tlakových odlitků [9]), které umožňují jejich použití s minimálním obráběním nebo i bez řezného obrábění. Díky tomu se hliníkové slitiny začaly všeobecně používat k výrobě složitých odlitků bloků a hlav motorů, pouzder válců, ojníc a pístů, převodovkových skříní, mostu hnací nápravy a jiných součástek [10].

Hliníkové slitiny využívané při výrobě automobilů můžeme z hlediska jejich výroby rozdělit na slitiny:

- tvářené: kované, lisované, válcované, tažené, ohýbané,...
- lité: gravitačně do pískových forem, do kokil, v systému vytavitelných modelů, tlakově,... [9].

2.1.4.1. Příklady hliníkových součástek používaných v automobilech

Blok motoru, hlava, pouzdra válců, potrubí, převodková skříň

Tyto součásti jsou vzájemně spojeny a tvoří soustavu udržení a přenesení síly z klikového mechanismu do převodovky. Tyto součásti se vyrábějí ze slitin Al – Si s různým obsahem jiných prvků. Blok motoru je základnou pro pouzdra válců. Montují se v něm nejdůležitější ložiska, včetně hlavního ložiska klikové hřídele. Blok je také vybaven držáky pro upevnění přístrojového vybavení a pro připevnění celé jednotky v motorové komoře. V bloku se nacházejí kanálky na chladicího systému, kanálky pro přívod oleje do hlavy a jeho odvádění zpět do olejové misky [12]. Nejstarším způsobem konstrukce spojení blok – válec je vložení do bloku motoru válce z šedé litiny. Je také možné vyrobít jeden odlitek, který představuje blok s pouzdry válců, v tom případě však je nutné použít lepší druh materiálu pro celý odlitek. V dnešní době se stále častěji používají modifikace povrchu vnitřních stěn válců pomocí vrstev s dokonalými tribologickými vlastnostmi, např. metoda PA-CVD [9].



Obr.3. Hliníkový tlakový odlitek bloku motoru Škody Fabia.

Píst

Jde o velmi složitou součástku, jejíž naprojektování je velmi obtížné vzhledem k nutnosti zohlednění veškerého mechanického a tepelného zatížení, které se objevuje během jeho práce. Písty se vyrábějí ze slitin Al – Si (12 -18%) s různým obsahem jiných prvků v závislosti na použití [9].

Píst se pohybuje ve válci, je kloubově spojen s ojnící pomocí pístního čepu. Pohyb pístu sem a tam ojnice převádí na otáčivý pohyb klikového hřídele. Hlavním úkolem pístu je převzetí jeho dnem síly vyvolané tlakem plynů, vedení pístních kroužků a přenos boční síly [13].

Výroba pístů vyžaduje provedení několika operací v tomto pořadí: lití (slitina je modifikovaná a odplyněná), jedno nebo dvoustupňové tepelné zpracování (stabilizační stárnutí), obrábění odebíráním na obráběcích strojích CNC a nakonec příslušné povrchové opracování [9].



Obr.4. Hliníkový prstencový píst značky PC Pistons [34].

Obruče kol

Hliník se používá nejen z estetických důvodů, ale hlavně kvůli jeho vlastnostem. Hliníkové obruče kol se vyrábí ze slitin Al – Mg (Zn, Mn) s přísadou jiných prvků. Tyto slitiny se po vhodném opracování vyznačují velmi dobrými mechanickými vlastnostmi. Obruče kol na bázi těchto slitin jsou lehčí než klasické ocelové obruče, což dovoluje používat větší rozměry kol. Umožňuje to výběr širších a nižších pneumatik, což podstatně zlepšuje komfort jízdy a stabilitu vozidla. Předností je také odolnost hliníku proti korozi, díky čemuž je životnost obručí stejně dlouhá, jako celého vozidla. Obruče kol tohoto typu se nejčastěji vyrábějí jako tlakové odlitky. Novou technologií je kování, které umožňuje dosažení ještě lepších pevnostních vlastností. Závěrečnou etapou je obrábění na moderních obráběcích strojích na konkrétní rozměr a design [9].

Rám a části karosérie

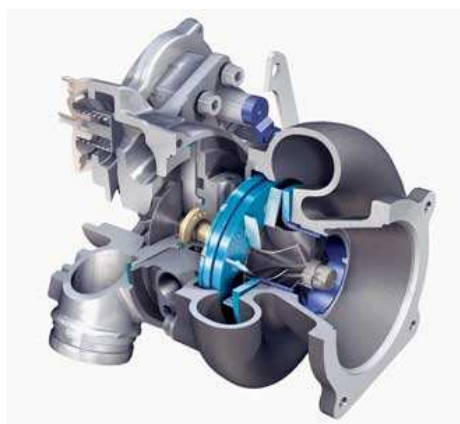
Hliníkový rám se skládá z profilů a výlisků různé velikosti a typu (na nejvíce zatížených místech je spojen s litými dílci). Tyto součástky se spojují nýtováním nebo svařováním v ochranné atmosféře vzácných nebo inertních plynů (hlavně metodou MIG). Moderní konstrukce předpokládají konstrukci pevného prostorového rámu (interiéru vozidla), který není zničen při nehodě, stejně jako trubkový ochranný rám u sportovních automobilů. Deformační síly během kolize mají být pohlcovány součástmi rámu a karosérie přední a zadní části vozidla [9].

Chladič

Díky vysoké tepelné vodivosti se zde hliník používá jako výměník tepla. Používá se hlavně na součásti přebírající tepelnou energii od chladicí kapaliny motoru, ale také pro výměníky tepla, které podporují práci klimatizace [9].

Turbodmychadlo

Jde o zařízení, které zvyšuje účinnost a výkon motoru využitím energie spalin. Horké spaliny pohánějí turbínu a ta zase pohání kolo kompresoru stlačujícího vzduch pro zásobování motoru. Turbína je obvykle vyrobena z žárovevné niklové slitiny, zatímco plášť a kolo kompresoru jsou vyrobeny z hliníku (kolo kompresoru je obvykle potaženo vrstvou Al_2O_3).



Obr.5. Turbodmychadlo značky VTG [35].

2.2. Otázky spojené s modifikací povrchu na příkladu hliníku

2.2.1. Anodická oxidace

Anodická oxidace je povrchová úprava kovu, hlavně hliníku, která spočívá v elektrolytickém vyloučení vrstvy oxidu. V případě tvorby elektrolytických vrstev na hliníku se můžeme setkat s termínem eloxace (**e**lektrolytická **o**xidace **a**luminia). Anodická oxidace se nejnáze provádí na čistém hliníku, legovací přísady obvykle zhoršují vzhled vrstvy a někdy znemožňují její vznik [14].

Proces anodické oxidace je nyní nejrozšířenější a nejlépe propracovanou metodou vytváření technických a dekorativních vrstev na hliníkovém povrchu. Oxid hlinitý Al_2O_3 jako keramický materiál se vyznačuje odolností vůči působení vysokých teplot, odolností proti korozi a opotřebení. Vlastnosti a strukturu oxidové vrstvy lze ovládat změnami: druhu proudu, jeho parametrů, teploty, druhu a koncentrace elektrolytu a doby trvání procesu [15].

Anodické vrstvy jsou vytvářeny za účelem:

- zlepšení antikoročních vlastností a odolnosti vůči působení vysokých teplot,
- zvýšení tvrdosti a odolnosti vůči opotřebení,
- získání příslušných estetických hodnot (možnost barvení).

Vlastnosti oxidových vrstev na hliníku a jeho slitinách umožnily širší použití těchto materiálů, zejména jako:

- ochrana proti korozi, ochranné a dekorativní vrstvy, podkladové vrstvy;
- části spojek, převodovek, vodících lišt a zařízení;
- součásti automatických zařízení a hydraulických ovladačů;
- valivé dráhy valivého ložiska v kombinaci ocel – Al_2O_3 ;
- písty motorů a hladkých ploch kompresorových válců [15].

2.2.1.1. Typy anodické oxidace

Anodická oxidace typu I

Anodická oxidace I. typu je proces vytváření oxidové vrstvy s použitím kyseliny chromové (H_2CrO_4) jako elektrolytu. Tento proces se doporučuje pro anodickou oxidaci předmětů složitých tvarů např. odlitků. 50% vyloučené vrstvy vsákne do obráběné součástky a 50% zůstává na povrchu. Je tenká a tmavá a tvrdší než stejně silný povlak vytvořený anodickou oxidací II. typu.

Anodickou oxidací I. typu můžeme rozdělit na následující podtypy:

- klasická anodická oxidace v kyselině chromové;
- anodická oxidace v kyselině chromové při sníženém napětí;
- anodická oxidace v jiné kyselině než kys. chromová, např. v kyselině borné (Boeingova metoda) [16].

Anodická oxidace typu II

Nejrozšířenější typ anodické oxidace. Jako elektrolyt se používá roztok kyseliny sírové (H_2SO_4). Z vzniklá vrstva 33% zůstává na povrchu a 67% vsákne do podkladu. Je silná a odolná proti otěru, navíc je světlá a pórovitá, což usnadňuje její barvení [16].



***Obr.6.** Součástky podrobené anodické oxidaci II. typu s barvením [16].*

Anodická oxidace typu III

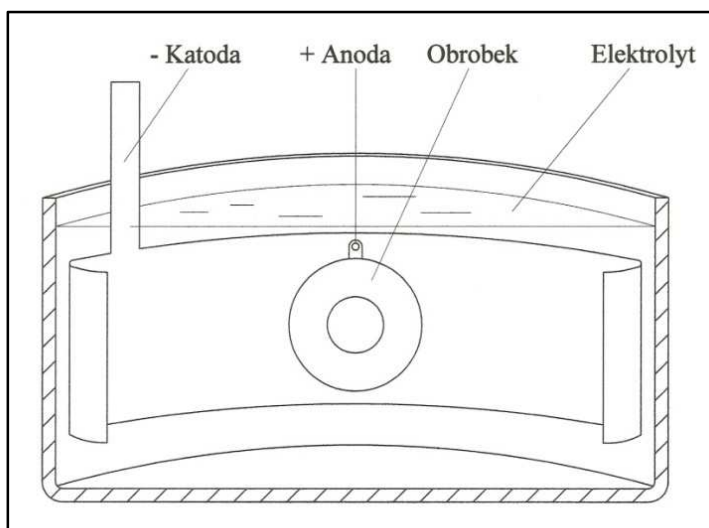
Proces, při kterém je oxid vylučován v roztoku kyseliny sírové ve větší koncentraci než u typu II (často se do kyseliny sírové přidává kyselina šťavelová HOOC-COOH). Anodická oxidace typu III se liší od typu II také jinými hodnotami teploty a hustoty proudu. 50% vrstvy proniká do povrchu obráběného předmětu a dosažená tvrdost má hodnotu cca 65 HRC, proto je tento nazýván tvrdou anodickou oxidací. Součástky po tvrdé anodické oxidaci lze barvit, leštit a také modifikovat impregnací PTFE (teflon), což značně zlepšuje odolnost proti otěru. Tvrdá anodická oxidace se používá k povlákání ventilů, pístů, převodovek, armádního vybavení [16].



***Obr.7.** Součástka po tvrdé anodické oxidaci [16].*

2.2.1.2. Příklad stanoviště a parametry anodické oxidace typu III

Předmět podrobený anodické oxidaci ponořený v elektrolytu plní funkci anody, jak to udává název. Po zapojení stejnosměrného napětí do elektrod začíná proces elektrolýzy, při kterém se uvolňuje kyslík, který v reakci s kovem vytváří oxidovou vrstvu [14].



Obr.8. Schéma stanoviště anodické oxidace [36].

Tab.2. Příklady hodnot parametrů procesu tvrdé anodické oxidace v roztoku kyseliny sírové a získané hodnoty vrstvy [15].

Vlastnost	Hodnota
Hustota proudu [A/dm ²]	3
Pracovní teplota [°C]	30
Doba použití [min]	60
Tloušťka vrstvy [μm]	20
Mikrotvrdost HV 0,1	750

2.2.2. Uhlíkové vrstvy

Uhlík se v přírodě vyskytuje v několika alotropických modifikacích, z nichž je nepochybně nejvíce přitažlivý diamant. Diamant je vzhledem ke své klenotnické hodnotě a unikátním mechanickým a fyzikálním vlastnostem odpradávná žádaným minerálem. Z tohoto důvodu se v mnoha průmyslových a vědeckých ústavech pracuje na výrobě umělého diamantu s co nejlepšími vlastnostmi [17]. V případě vrstev se můžeme v literatuře setkat s následujícími pojmy:

- DLC (ang. Diamond Like Carbon) – amorfní vrstvy,
- NCD (ang. Nanocrystalline Carbon) – průměrná velikost krystalitů cca 100nm ,
- UNCD (ang. Ultrananocrystalline Carbon) – střední velikost krystalitů cca 10 nm [18].

Složení, struktura a vlastnosti vrstev podobných diamantu označovaných jako DLC (i:C nebo a-C:H) závisí na metodě a parametrech jejich výroby, což vytváří možnost výroby vrstev s požadovanými vlastnostmi. Vrstvy tohoto typu se skládají z uhlíku s vazbami sp^3 , které jsou vlastní struktuře diamantu, sp^2 , které odpovídají grafitu a sp^1 , které odpovídají karbinům. Velký vliv na vlastnosti vrstvy má poměr obsahu grafitové a diamantové fáze. Fáze sp^3 rozhoduje o vysoké tvrdosti, tepelné vodivosti, chemické netečnosti a odolnosti proti opotřebení. Fáze sp^2 rozhoduje o elektrické vodivosti a umožňuje dosažení nízkého koeficientu tření [20,21].

Tab.3. Vybrané vlastnosti různých forem uhlíku [19,6].

Formy uhlíku	Tvrdost GPa	Hustota g/cm ³	σ_{sp^3} %	σ_{sp^2} %	H at. %
Diamant	100	3,5	100	0	0
Grafit	1 – 2	2,3	0	100	0
a – D (amorphous diamond)	2 – 5	1,9 – 2,0	1	99	0
ta – C (tetrahedral Carbon)	60 – 100	3,0	85 – 95	5 – 15	0 – 9
a – C:H (amorphous carbon containing hydrogen)	10 – 40	1,6 – 2,2	40 – 71	60 – 29	10 – 35
i – C (ion Carbon)	2 – 5	0,9 – 1,6	35 – 50	65 – 50	35 – 50

2.2.2.1. Vlastnosti vrstev podobných diamantu a možnosti jejich využití

Vzhledem k velmi vysoké tvrdosti, extrémně nízkému součiniteli tření a nízké otěrnosti si vrstvy podobné diamantu získaly uznání v průmyslové výrobě. Vlastnosti vrstev tohoto typu dosahované firmou HVM Plasma Česko jsou následující:

- Vysoká tvrdost (10-60 GPa);
- Vysoké vnitřní tlakové pnutí (až 10 GPa);
- Nízký součinitel tření, nižší než 0,1;
- Vysoká odolnost proti otěru (až $10^{-7} \text{ mm}^3 \cdot \text{Nm}^{-1}$);
- Chemická stálost;
- Vysoký elektrický odpor ($10^{16} \Omega \text{ cm}$);
- Optická průhlednost ve viditelném a infračerveném spektru [22].

Možnost ovládání jednotlivých vlastností vrstvy a dosažení mnoha požadovaných vlastností umožňuje její využití v různých odvětvích:

- Lékařství (implantáty, nástroje);
- Strojírenský průmysl (vstřikovací formy, lisy, součásti třecích mechanismů);
- Výroba nástrojů (povlaky řezných nástrojů, povlaky nástrojů pro tváření);
- Automobilový průmysl (ozubená kola pro převodovky, pístní kroužky, písty, válce, součásti rozvodového mechanismu, součásti vstřikovacího systému);
- Optika (lasery, architektonické sklo);
- Elektronika (ochranné a samomazné vrstvy pevných disků, izolační vrstvy v mikroelektronice) [22].

2.2.3. Kompozitní vrstvy

V této podkapitole pohovoříme o vrstvách různého typu, které představují různé technologie povrchového zdokonalování slitin hliníku, z nichž se většina nachází v etapě výzkumu. Nejsou to určitě všechny druhy modifikace hliníkového povrchu, protože toto téma je stále aktuální a široce rozvíjené. Používání jednotlivých vrstev je výsledkem snahy o dosažení vyšší tvrdosti, odolnosti proti opotřebení, lepších třecích vlastností, v případě uhlíkatých vrstev se velký důraz klade na zvýšení přilnavosti vrstvy k podkladu.

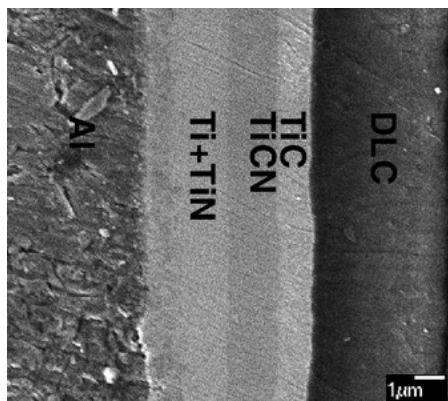
2.2.3.1. Vrstvy s obsahem uhlíku podobného diamantu

DLC vrstva získaná metodou RF-PACVD

Metoda RF-PACVD je jednou z nejpopulárnějších metod používaných při výrobě uhlíkatých vrstev, které jsou úspěšně nanášeny na ocelový podklad (např. lékařské implantáty). Touto metodou se podařilo také nanést vrstvy s dobrými vlastnostmi (v tom s tvrdostí do cca 20 GPa) na hliníkový podklad [8]. Tato metoda využívá rádiovou frekvenci (13,56 MHz) pro buzení plazmy, tlak v komoře se pohybuje od několika do několika desítek Pa, nejčastěji používaným plynem je metan (CH_4).

Gradientní vrstva Ti + TiN/TiCN/TiC/DLC

S ohledem na velké rozdíly v mechanických vlastnostech hliníku a DLC vrstvy, jako je tvrdost nebo Youngův modul, existuje problém s dosažením velmi dobré přilnavosti vrstvy k podkladu. Za účelem snížení pnutí a tím pádem zvýšení odolnosti povrchu je možné použít gradientní vrstvy a multivrstvy, které se skládají z několika oddělených zón nebo spojení gradientních vrstev s multivrstvami. Příkladem takové modifikace je vrstva skládající se z gradientní části Ti v Al., získané implantací iontů Ti do Al., a z vrstvy TiN/TiCN/TiC/DLC nanesené technikou CVD. Vytvořením vedlejších vrstev bylo dosaženo dobré spojení hliníku s DLC a zóna DLC dosáhla značné tloušťky 4,5 μm [23].



Obr.9. Fotografie průřezu gradientní vrstvou [23].

DLC vrstva získaná laserovým spékáním diamantového prášku

Na hliníkový povrch byl nanesen diamantový prášek o velikosti částic 2-8nm, který pak byl ošetřen laserovým spékáním. Podařilo se tak vyrobit DLC vrstvu značné tloušťky a tvrdosti s dobrou přilnavostí k podkladu. Vlastnosti vrstvy získané laserovým spékáním ve srovnání s jinými metodami jsou znázorněny v následující tabulce [24].

Tab.4. Vlastnosti vrstvy vyrobené laserovým spékáním ve srovnání s jinými metodami [24].

Vlastnost	Laserové spékání	Jiné metody
Tvrдость HV	2000 – 2500	1500 – 4000
Pracovní teplota [K]	300	300 – 900
Doba použití	Krátký	Dlouhý
Koeficient tření	0,1 – 0,4	0,1 – 0,3
Tloušťka vrstvy [μm]	9	0,001 – 4
Drsnost	Velká	Malá
Adheze	Velká	Malá
Nástroj	Obyčejný	Komplikovaný

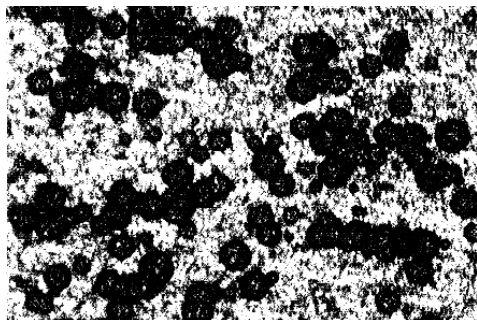
2.2.3.2. Vrstvy získané s využitím galvanické technologie a CVD a PVD

Vrstva oxid hlinitý – kov vyrobená elektrochemickou metodou

Hlavní povrchovou úpravou hliníku je anodická oxidace, jejímž výsledkem je vznik tvrdé a porézní vrstvy Al_2O_3 . Metodou redukce iontů z roztoku elektrolytu lze dopravit dovnitř pórů oxidu hlinitého druhou fází. Umožní to vytvořit tvrdou vrstvu s dobrými tribologickými a samomaznými vlastnostmi [25].

Proces výroby kompozitních vrstev oxid hlinitý – kov se skládá ze dvou etap [25]:

- I: Anodická oxidace hliníku s vytvořením porézní oxidové vrstvy Al_2O_3 na povrchu.
- II: Elektrochemická redukce kovu z roztoku elektrolytu s vyloučením redukovaného kovu uvnitř pórů oxidové vrstvy.



Obr.10. Vrstva Al_2O_3 se zavedenými částicemi Cu (tmavší oblast sférického tvaru), zvětšení 200x, optický mikroskop [2].

Vrstva vyrobená technologií duplex

Tato vrstva se vyrábí ve dvou etapách. První etapu tvoří galvanické nanesení vrstvy Ni na hliníkový povrch a druhou potažení Ni vrstvou TiN v procesu PA-PVD. Uvedená metoda modifikace hliníku značně zvýšila jeho mechanické (tvrdost do cca 800 HV) a tribologické vlastnosti (odolnost proti opotřebení). Tato metoda umožňuje přizpůsobení parametrů obrábění pro vytvoření kompozitních povlaků se speciálními vlastnostmi pro konkrétní technická použití [26].

Vrstva mangan – dusík vytvářená na slitinách hliníku a křemíku

Výroba povrchové vrstvy Mn – N probíhá ve dvou etapách:

I.: elektrolytické usazení manganu,

II.: difuzní zavedení dusíku do manganové vrstvy v procesu ionizační nitridace. Během této etapy procesu dochází k difuznímu spojení manganu s hliníkovým podkladem.

Získaná vrstva se vyznačuje dobrým (difuzním) spojením s podkladem, značnou tvrdostí (550 HV) a velkou odolností vůči otěru [27].

Vrstvy ZrN a TiCN nanášené metodou PA-CVD RF/DC

Vrstvy ZrN a TiCN na podkladu hliníkové slitiny mají zaručit odolnost proti opotřebení a korozní odolnost. Obě vrstvy, jak v procesu RF, tak DC jsou nanášeny při teplotě pod 160°C, což zaručuje neměnný stav podkladu a strukturu, jako po žíhání k odstranění vnitřních pnutí. Nejlepších výsledků pro TiCN bylo dosaženo v procesu PA-CVD RF/DC, včetně tvrdosti nad 1800 HK0.005 [28].

Vrstva ZrN nanášená metodou PVD

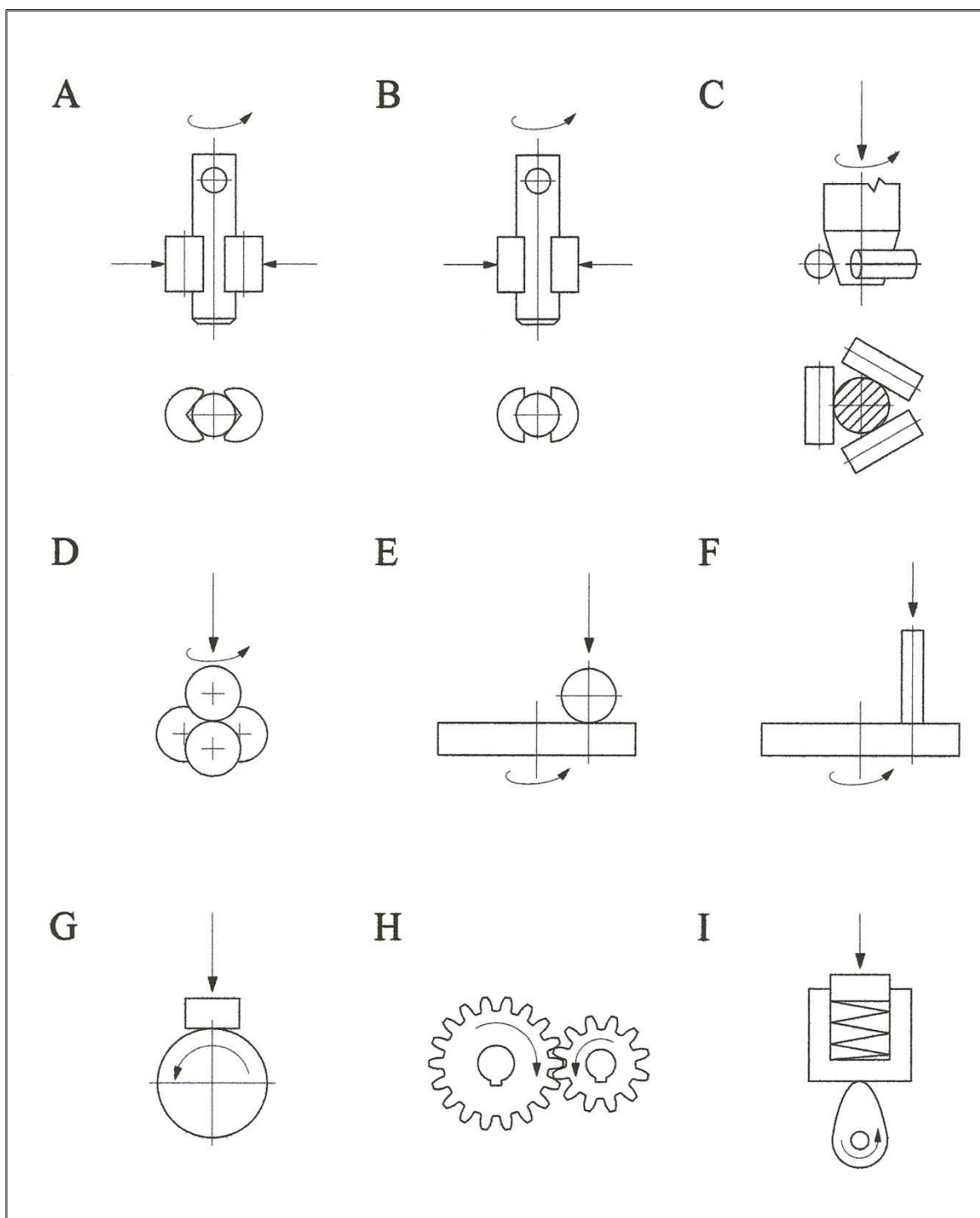
Vrstva nitridu zirkonia tloušťky cca 3µm je nanášena na hliníkovou slitinu za účelem zlepšení mechanických vlastností (dosažená tvrdost cca 20 GPa) a zejména jako vrstva zvyšující korozní odolnost a odolnost proti opotřebení únavou [29].

2.2.4. Tribologie – zkušební metody

Cílem zkoušek prováděných před zavedením (stanovištních a provozních) je optimalizace technologie a parametrů nanášených vrstev z hlediska skutečných pracovních podmínek části strojů nebo nástrojů. Laboratorní stanovištní zkoušky stanovují chování vrchní vrstvy za podmínek podobných skutečným předpokládaným podmínkám. Výsledky stanovištních zkoušek podstatně rozšiřují stav vědomostí o použitém řešení, avšak význam těchto výsledků pro provozní praxi je omezený. Toto omezení vyplývá z často extrémních podmínek zkoušky, které jsou nutné pro rychlé dosažení výsledku. Zkoušky tohoto druhu se nejčastěji provádějí ve srovnávací verzi pro součástky s dosavadním a novým řešením. V případě, že dosažený výsledek je uspokojivý, provádějí se provozní zkoušky na skutečných objektech a v některých případech také homologační zkoušky.

Tribologické zkoušky se provádějí na tribometrech různého druhu a cílem těchto zkoušek je vymezení základních provozních parametrů třecího páru, tzn. součinitele tření a odolnosti proti opotřebení a zadření. Typické zařízení pro tribologické zkoušky se skládá z třecí hlavy (která simuluje geometrii, kinematiku a podmínky zátěže a mazání), pohonného mechanismu, zatěžovacího mechanismu, soustavy pro měření a záznam síly (momentu) tření. V rámci volitelného vybavení se můžeme setkat se zařízením pro nepřetržitý záznam provozního opotřebení, mazací systémy, mechanismy pro stabilizaci teploty mazací látky.

Výsledky tribologických zkoušek představují diagramy odporu tření (síly nebo momentů síly) a měření velikosti spotřeby zaznamenávané nepřetržitě, pravidelně nebo jako úbytek hmotnosti vzorku (váhové opotřebení). Doplněním tribologických zkoušek může být pozorování (SEM) nebo chemická analýza zkoušeného povrchu [30].



Obr.11. Schémata typických třecích konfigurací v tribometrech [30,33].

A: konfigurace váleček – dva hranoly, B: konfigurace půlpánev – kroužek, C: konfigurace tři válečky – kužel, D: čtyřkulový přístroj, E: ball on disc, F: pin on disc, G: konfigurace váleček – kostka, H: dvojice ozubených kol, I: simulace specifického třecího uzlu (vačkový mechanismus).

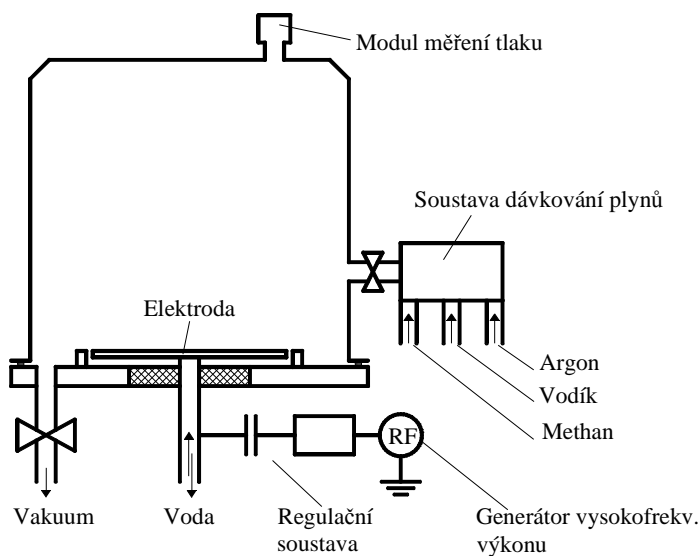
2.3. Vybrané metody modifikace vrchní vrstvy

2.3.1. Plazmová metoda ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD

Metoda RF-PACVD je variantou metody CVD podporované plazmou doutnavého výboje. Slouží k nanášení tenkých povrchových vrstev v procesu usazování z plynové fáze pomocí chemických reakcí probíhajících v elektrickém vysokofrekvenčním poli. U této metody je typické použití napájecího generátoru s rádiovou frekvencí 13,56 MHz.

Na průběh procesu (tvorbu povrchové vrstvy) mají vliv takové parametry jako: proudové napěťové parametry doutnavého výboje, teplota substrátů, druh plynu, tlak a rychlost průtoku plynů, poloha substrátů vůči elektrodám a proudu plynů [31].

Hlavními součástmi, ze kterých se skládá stanoviště RF-PACVD jsou: pracovní komora, vysokofrekvenční generátor, vakuový systém (který umožňuje dosažení tlaku řádově několika Pa), systém dávkování plynů, řídicí a měřicí systém, přizpůsobovací systém (spojený s vysokofrekvenčním generátorem a napájecí elektrodou).



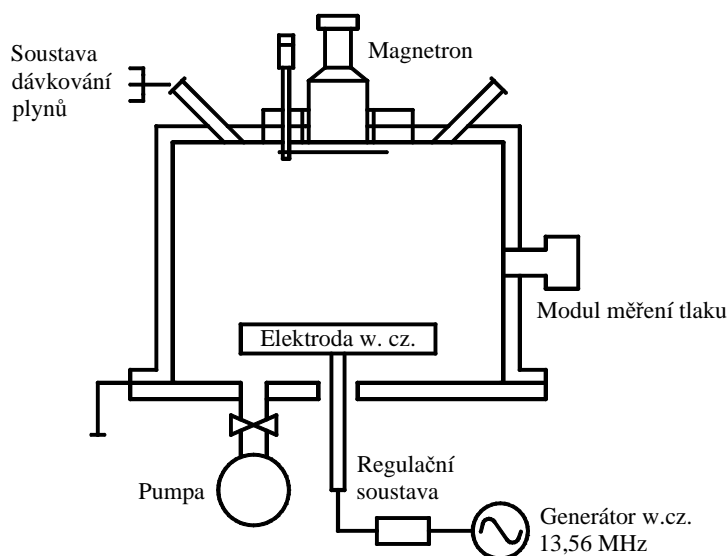
Obr.12. Schéma zařízení pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD [39].



Obr.13. Stanoviště pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD. Laboratoř TUL.

2.3.2. Metoda magnetronového rozprašování ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD/DC

Metoda RF-PACVD/DC spočívá v nanášení gradientních vrstev (v rámci této práce Ti:C) spojením techniky stejnosměrného magnetronového rozprašování a chemického usazování z plynné fáze podporovaného plazmou. Takové řešení způsobuje zvýšení přílnavosti příslušné vrstvy k podkladu díky plynulému přechodu z kovové fáze k uhlíku. Zařízení pro nanášení gradientních vrstev je postaveno na bázi reaktoru RF a navíc se skládá z magnetronu napájeného impulzy stejnosměrného proudu. V horní části krytu komory se kromě systému pro dávkování plynů nacházejí dva průzory, které umožňují kontrolu procesů rozprašování a nanášení metodou optické emisní spektroskopie [4].



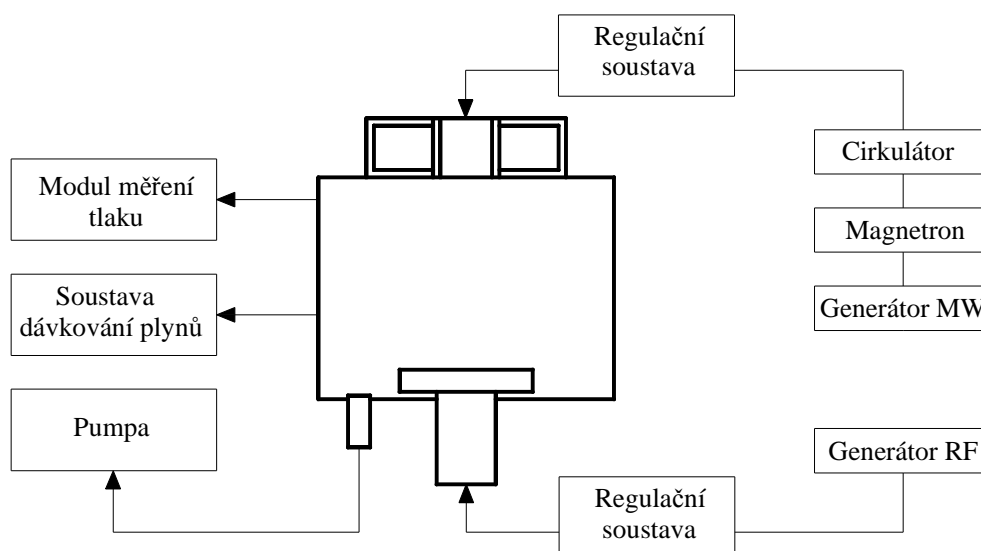
Obr.14. Schéma zařízení pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD/DC [4].



Obr.15. Stanoviště pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD/DC. Laboratoř PĚ.

2.3.3. Plazmová metoda v dvoufrekvenčním poli MW/RF-PACVD

Metoda MW/RF-PACVD využívá dvě frekvence buzení plazmy: rádiovou (13,56 MHz) a mikrovlnnou (2,45 MHz) frekvenci. Toto řešení umožňuje v závislosti na použitých parametrech docílit uhlíkaté vrstvy od DLC po UNCD. Mikrovlnná plazma v soustavách MW/RF se vyznačuje vysokou hustotou proudu iontů a závisí na ní generování a stupeň ionizace aktivních částic, plazma s rádiovou frekvencí kontroluje proud a energii iontů [32]. Zařízení, které využívá metodu MW/RF-PACVD je vybaveno dvěma nezávislými zdroji buzení plazmy. Zdroj energie s rádiovou frekvencí je spojen s elektrodou pomocí přizpůsobovacího systému, zatímco zdroj energie s mikrovlnnou frekvencí je spojen přes cirkulátor a magnetron s rezonanční komorou, která se nachází na protilehlé straně elektrody, v horní části stanoviště [20].



Obr.16. Schéma zařízení pro nanášení vrstev metodou MW/RF-PACVD [20].



Obr.17. Stanoviště pro nanášení vrstev metodou MW/RF-PACVD. Laboratoř PŁ.

III. PRAKTICKÁ ČÁST

3.1. Charakteristika vzorků: AlCu4PbMg a AlSi9Cu3

Dural AlCu4PbMg patří do skupiny hliníkových slitin s mědí a hořčíkem pro tváření tlakem. Chemické složení těchto slitin je zvoleno tak, aby ve stavu rovnováhy za pokojové teploty vykazovaly jednofázovou strukturu roztoku $\alpha(\omega)$. Duraly s mědí jsou zpracovávány tepelně difúzním a rekrytalizačním žíháním a především pomocí tvrzení stárnutím. Slitiny Al s Cu a Mg se používají na výrobu součástek strojů, motorových vozidel a ve stavebnictví [3]. Slitina AlCu4PbMg je popsána polskou normou PN-EN 573-3:2005 a českou normou ČSN 42 4218.

Tab.5. Chemické složení slitiny AlCu4PbMg [40,41].

Cu	Fe	Si	Mn	Mg	Zn	Cr	Ni	Ti	Pb	Bi
3,9	≤0,7	≤0,8	0,6	0,9	≤0,5	≤0,1	-	≤0,2	1,2	≤0,2

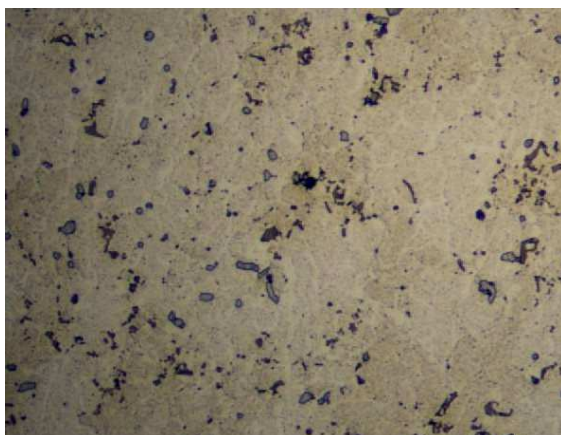
Silumin AlSi9Cu3 je slévarenskou slitinou hliníku a křemíku o podeutektickém složení. Struktura modifikovaných slitin se skládá z drobnozrnného eutektika $\alpha + \beta$ s oddělením fáze α . Popisovaná slitina Al a Si se používá k výrobě různých druhů odlitků v automobilovém a strojírenském průmyslu (Škoda Auto ji všeobecně využívá k výrobě tlakových odlitků bloků motoru). Slitina AlSi9Cu3 je popsána polskou normou PN-EN 1706:2001 a českou normou ČSN 42 4339.

Tab.6. Chemické složení slitiny AlSi9Cu3 [40,41].

Si	Cu	Mg	Mn	Fe	Ti	Zn	Ni	Pb
9,5	3	0,3	≤0,55	≤1,3	≤0,25	≤1,2	≤0,55	≤0,35

3.1.1. Kontrola struktury a tvrdosti materiálu

AlCu4PbMg



Materiál:	hliník AlCu4PbMg
Zpracování:	tuhnutí stárnutím
Struktura:	krystaly tuhého roztoku, oddělení intermetalických fází, které zpevňují slitinu
Zvětšení:	x 200
Leptání:	Me3Al

Obr.18. Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3, zvětšení x 200.



krystaly tuhého roztoku

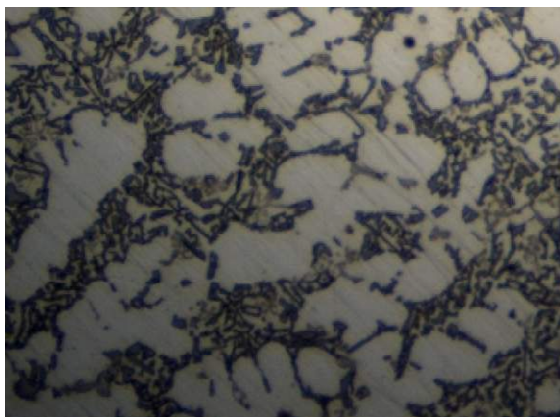
oddělení intermetalických fází, které
zpevňují slitinu

Obr.19. Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3, zvětšení x 200.

Tab.7. Výsledky měření tvrdosti hliníku AlCu4PbMg
Brinellovou metodou.

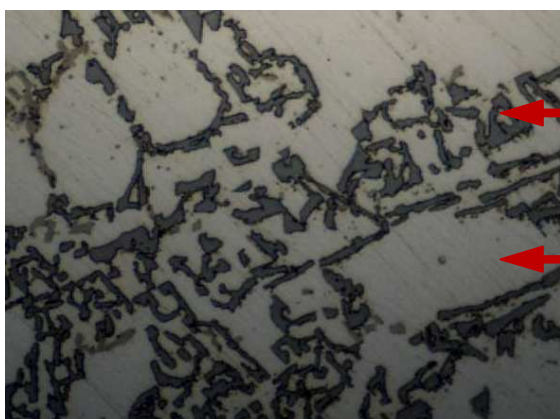
Zkouška č.	Tvrdost HB 2,5/62,5
1	114
2	114
3	114
Střední	114

AlSi9Cu3



Materiál:	hliník AlSi9Cu3
Zpracování:	odlitek
Struktura:	dendritické krystaly tuhého roztoku α , eutektikum $\alpha+\beta$
Zvětšení:	x 200
Leptání:	Me3Al

Obr.20. Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3, zvětšení x 200.



← eutektikum $\alpha+\beta$

← krystal tuhého roztoku α

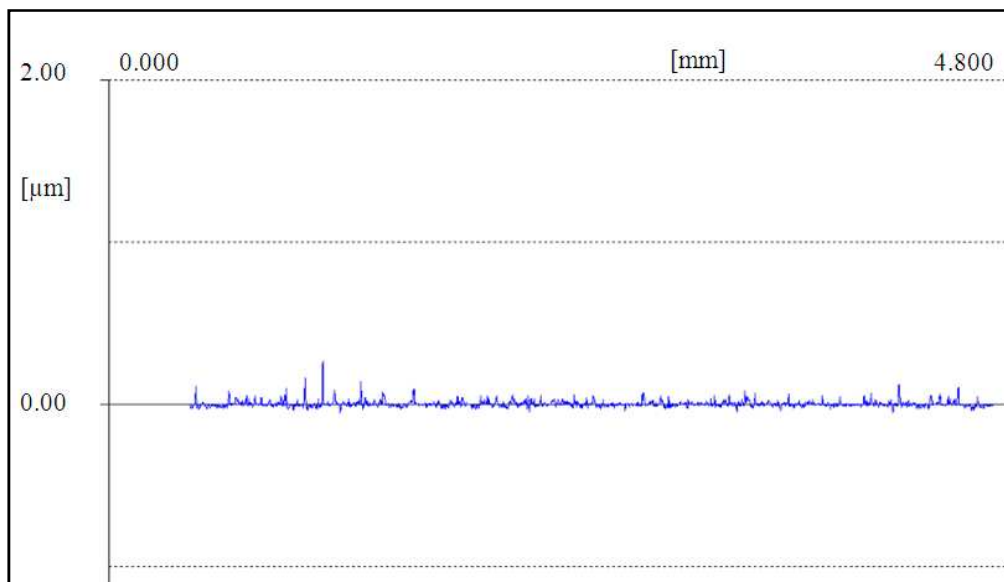
Obr.21. Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3, zvětšení x 500.

Tab.8. Výsledky měření tvrdosti hliníku AlSi9Cu3
Brinellovou metodou.

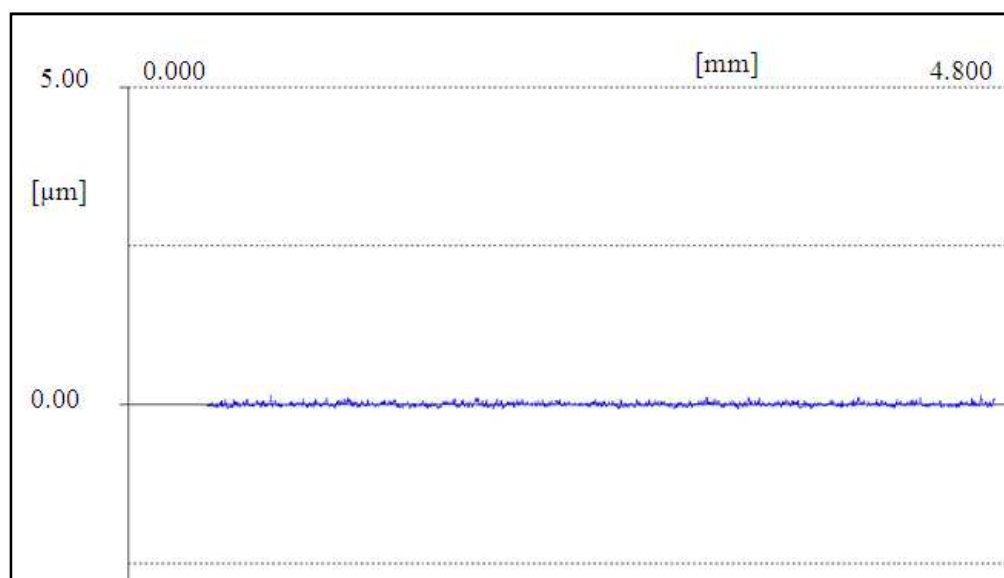
Zkouška č.	Tvrdost HB 2,5/62,5
1	105
2	105
3	105
Střední	105

3.1.2. Kontrola drsnosti povrchu vzorků před vytvořením vrstvy

Drsnost povrchu vzorků byla naměřena profilometrem Hommelwerke Tester T 1000 (více v kapitole 3.3.2.).



Obr.22. *Názorné údaje z profilometru pro vzorek AlCu4PbMg.*



Obr.23. *Názorné údaje z profilometru pro vzorek AlSi9Cu3.*

Tab.9. Průměrné hodnoty R_a , R_z , R_{max} pro vzorky $AlCu4PbMg$ a $AlSi9Cu3$.

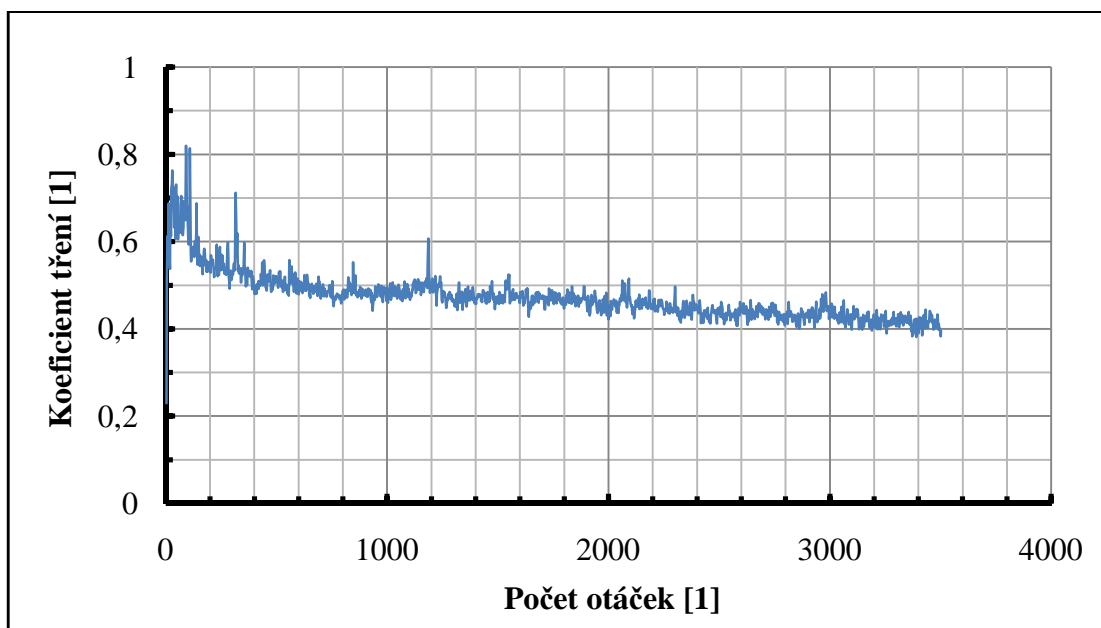
Č. vzorku	Vzorek	R_a [μm]	R_z [μm]	R_{max} [μm]
1	$AlCu4PbMg$ bez vrstvy	$0,01 \pm 0,004$	$0,19 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,1$
2	$AlSi9Cu3$ bez vrstvy	$0,03 \pm 0,009$	$0,19 \pm 0,03$	$0,22 \pm 0,8$

3.1.3. Kontrola koeficientu tření vzorku $AlCu4PbMg$ bez vrstvy (tribologická zkouška Ball-On-Disk)

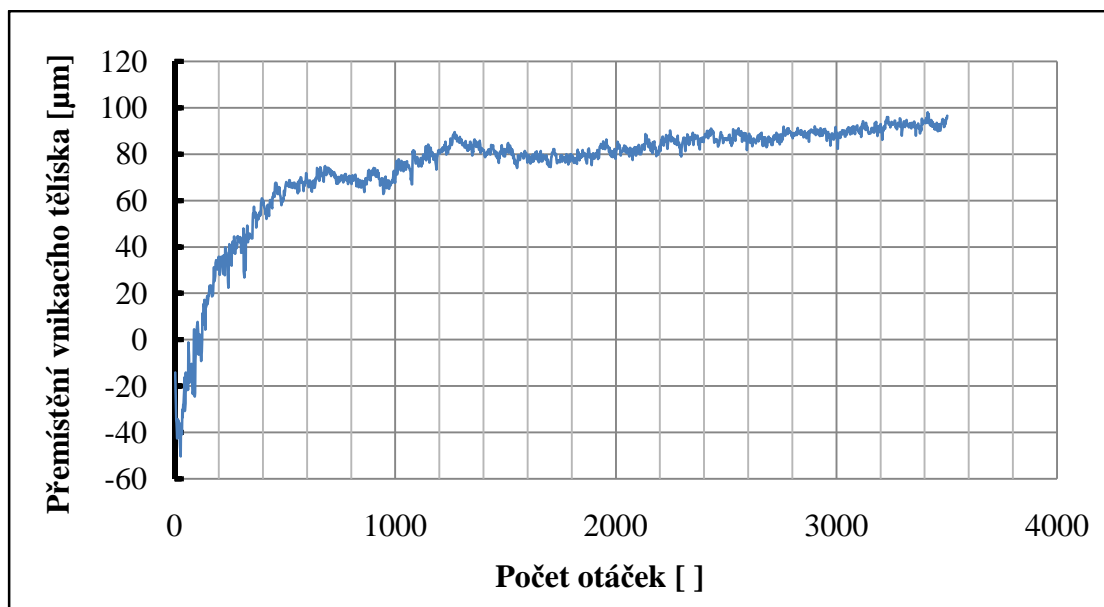
Zkouška byla provedena na zařízení TESTER T-11 (více v kapitole 3.3.3.), zkušební parametry jsou uvedeny v Tab.10.

Tab.10. Zkušební parametry Ball-On-Disk pro vzorek $AlCu4PbMg$.

Zatížení	1 kg
Třecí vzdálenost	175 m
Lineární rychlost	0,1 m/s
Rychlost otáčení	119 obr/min
Poloměr upevnění kuličky	8 mm
druh kuličky	ŁH 15, Ø 6,35 mm



Obr.24. Diagram změny koeficientu tření podle počtu otáček pro vzorek AlCu4PbMg bez vrstvy.



Obr.25. Diagram přemístění vnikacího tělíska podle počtu otáček během zkoušky Ball-On-Disk pro vzorek AlCu4PbMg bez vrstvy.

3.2. Zadané parametry během vytváření vrstev

3.2.1. Plazmová metoda ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD

Tab.11. Parametry procesu RF-PACVD nanášení vrstev na vzorky č. 3 a 4.

	Číslo vzorku	3	4
1	Leptavé napětí	500 V/10 min	600 V/10 min
2	Nanášecí napětí	400 V/15 min	350 V/40 min
	Plyn	methan CH ₄ /20 sccm	methan CH ₄ /15 sccm
	Tlak	45 Pa	36 Pa

3.2.2. Metoda magnetronového rozprašování ve vysokofrekvenčním poli RF-PACVD/DC

Tab.12. Parametry procesu RF-PACVD/DC nanášení vrstev na vzorky č. 5 a 6.

	Číslo vzorku	5, 6
1	Leptavé napětí	720 V/10 min
	Plyn	argon Ar
2	Nanášecí napětí	600 V/25 min
	Plyn	methan CH ₄
	Target	titan Ti

3.2.3. Plazmová metoda v dvoufrekvenčním poli MW/RF-PACVD

Tab.13. Parametry procesu MW/RF-PACVD nanášení vrstvy na vzorek č. 7.

	Číslo vzorku	7
1	Leptavé napětí RF	800 V/1 min
2	Nanášecí napětí MW	150 V/3 min
	Mikrovlnný výkon	600 W
	Plyn	methan CH ₄ /80 sccm
3	Nanášecí napětí MW	150 V/12 min
	Mikrovlnný výkon	900 W
	Plyn	methan CH ₄ /60 sccm
	Tlak	38 Pa

3.3. Zkoumání vytvořených vrstev a srovnání výsledků zkoušek

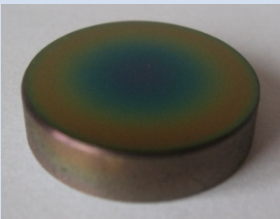
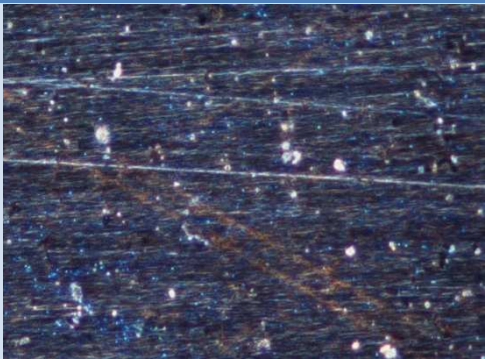
3.3.1. Optická mikroskopie

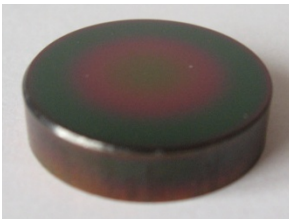
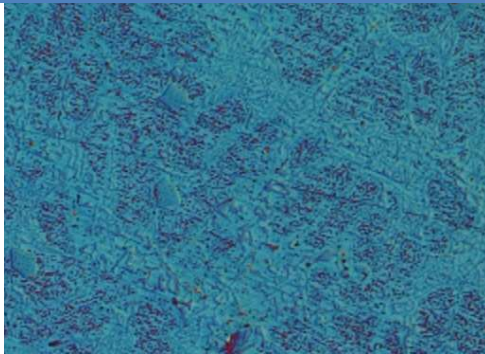

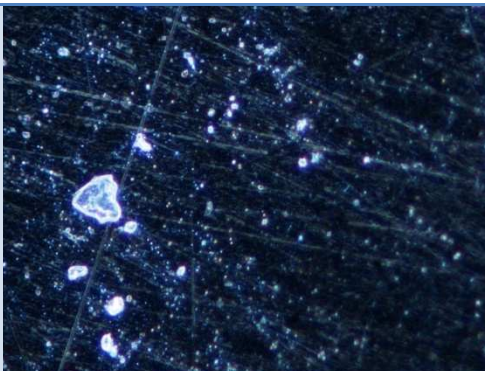

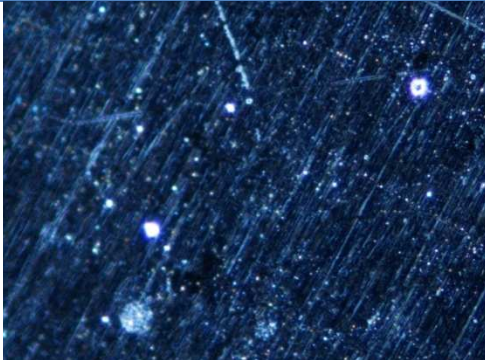


V Tab.14. byly shromážděny fotografie povrchu vzorků s nanesenými vrstvami podobnými diamantu pořízené při zvětšení 200x pomocí mikroskopu Nikon EIPHOT 200. Číslování vzorků uvedené v Tab.14. je platné pro celou část III. této práce.



Obr.26. Optický mikroskop Nikon EIPHOT 200. Laboratoř TUL.

Tab.14. Porovnání vzorků s nanesenými vrstvami a mikroskopické fotografie povrchu.

Č. vzorku	Popis vzorku	Makroskopická fotografie	Mikroskopická fotografie x200
3	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD		

4	AlSi9Cu3 modifikovaná RF-PACVD		
5	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD/DC		
6	AlSi9Cu3 modifikovaná RF-PACVD/DC		
7	AlCu4PbMg modifikovaná MW/RF- PACVD		

3.3.2. Zkoumání drsnosti povrchu

Měření drsnosti povrchu vzorků bylo provedeno profilometrem Hommelwerke Tester T1000. Princip funkce profilometru spočívá ve skenování povrchu vzorku diamantovým ostřím a převedení jeho odchylek na elektrické signály, které umožňují vypočítat konkrétní parametry drsnosti. Přístroj Tester T1000 je vybaven vlastním akumulátorovým napájením a možností připojení k počítači přes port COM, což dovoluje zobrazení a zpracování výsledků zkoušky na monitoru počítače.

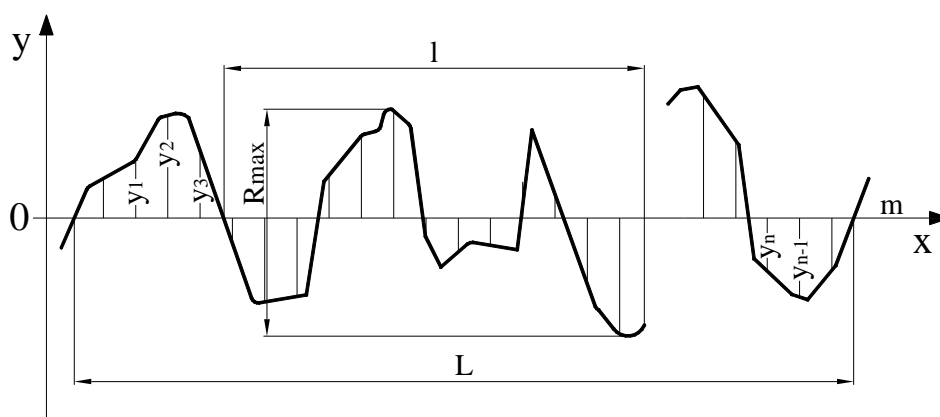
Zkoušeny byly všechny vzorky pokryté vrstvami a vzorky bez vrstev, což umožnilo stanovit změny drsnosti, ke kterým došlo po usazení vrstvy (výsledky zkoušky drsnosti vzorků bez vrstev se nacházejí v kapitole 3.1.2.). Pro každý vzorek byly stanoveny střední hodnoty parametrů R_a , R_z a R_{max} vypočtené z pěti měření.



Obr.27. Profilometr Hommelwerke Tester T1000.
Laboratoř Lodžské polytechniky.

Parametr R_a : průměrná aritmetická úchylka od střední linie (průměrná hodnota vzdálenosti bodů $y_1, y_2, \dots, y_{n-1}, y_n$) profilu pozorovaného od střední linie m v délce elementárního úseku l [37].

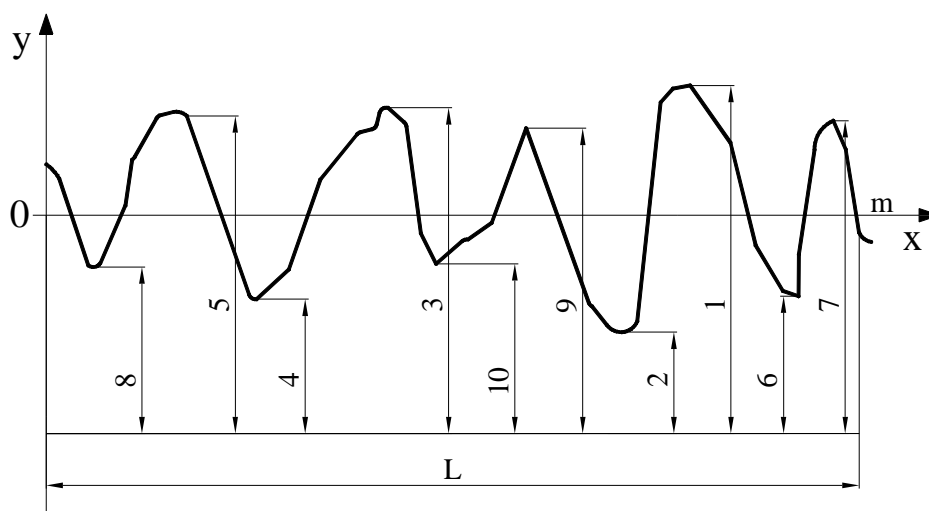
$$R_A = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i|$$



Obr.28. Geometrická interpretace parametru R_a [37].

Parametr R_z : výška drsnosti podle deseti bodů profilu (je to aritmetický průměr výšky pěti nejvyšších vyvýšení a pěti nejhlubších prohlubní profilu drsnosti v intervalu elementárního úseku [37]).

$$R_z = \frac{(R_1 + R_3 + \dots + R_9) - (R_2 + R_4 + \dots + R_{10})}{5}$$

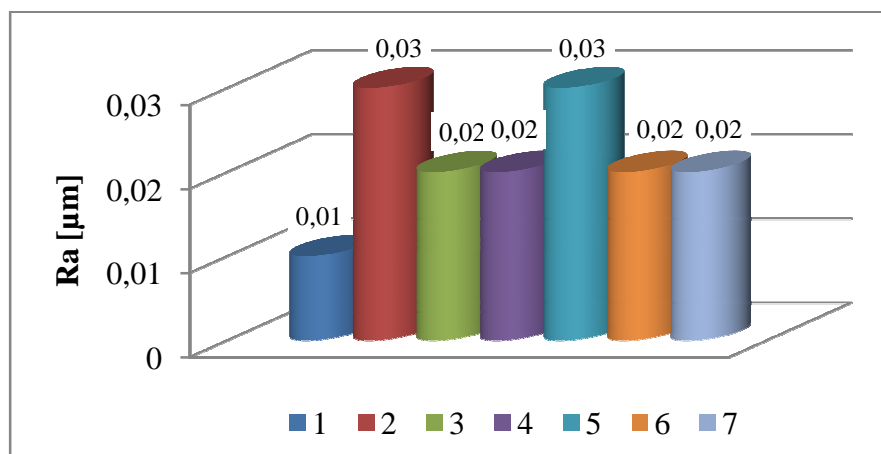


Obr.29. Určení veličin potřebných pro stanovení parametru R_z [37].

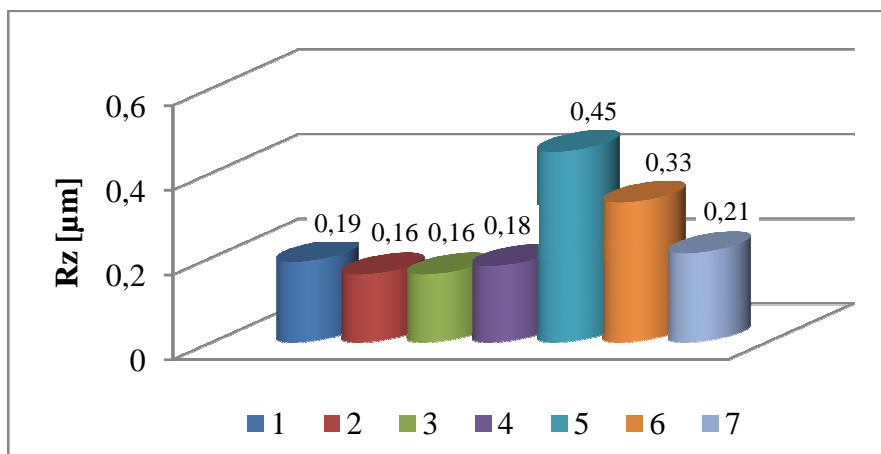
Parametr Rmax: je to vzdálenost dvou rovnoběžných linií od střední linie, z nichž jedna prochází nejvyšším bodem vyvýšeniny, a druhá nejnižším bodem prohlubně profilu pozorovaného v délce elementárního úseku [37].

Tab.15. Průměrné hodnoty parametrů R_a , R_z , R_{max} .

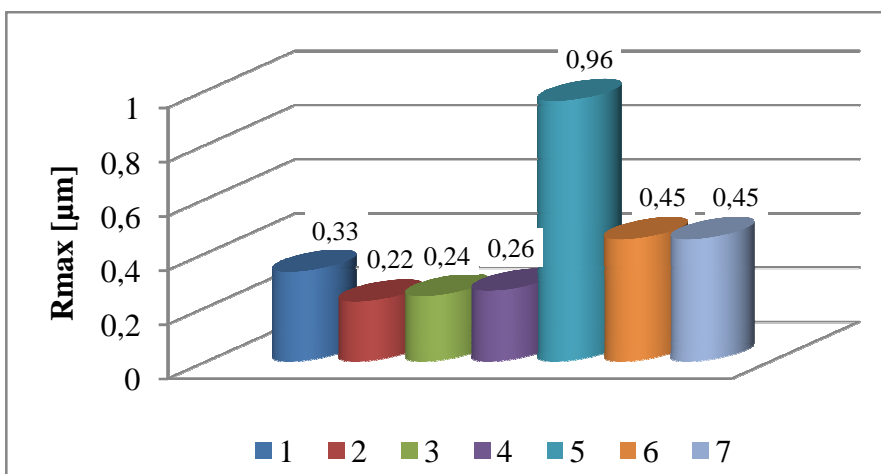
Č. vzorku	Vzorek	R_a [μm]	R_z [μm]	R_{max} [μm]
1	AlCu4PbMg bez vrstvy	$0,01 \pm 0,004$	$0,19 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,1$
2	AlSi9Cu3 bez vrstvy	$0,03 \pm 0,009$	$0,19 \pm 0,03$	$0,22 \pm 0,8$
3	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD	$0,02 \pm 0,01$	$0,16 \pm 0,09$	$0,24 \pm 0,06$
4	AlSi9Cu3 modifikovaná a RF-PACVD	$0,02 \pm 0,007$	$0,18 \pm 0,05$	$0,26 \pm 0,05$
5	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD/DC	$0,03 \pm 0,01$	$0,45 \pm 0,18$	$0,96 \pm 0,32$
6	AlSi9Cu3 modifikovaná RF-PACVD/DC	$0,02 \pm 0,002$	$0,33 \pm 0,12$	$0,45 \pm 0,19$
7	AlCu4PbMg modifikovaná MW/RF-PACVD	$0,02 \pm 0,008$	$0,21 \pm 0,04$	$0,45 \pm 0,11$



Obr.30. Porovnání parametru Ra vzorků po různých modifikacích povrchu.



Obr.31. Porovnání parametru Rz vzorků po různých modifikacích povrchu.



Obr.32. Porovnání parametru Rmax vzorků po různých modifikacích povrchu.

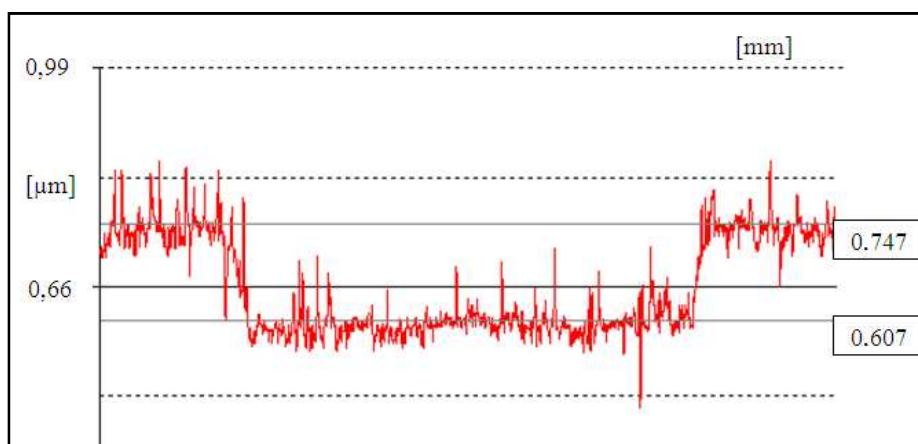
3.3.2.1. Zkoumání tloušťky vrstvy s použitím profilometru Hommelwerke Tester T1000.

Profilometr Hommelwerke Tester T1000 sloužil k orientačnímu stanovení tloušťky nanesených vrstev. Výzkum byl proveden na speciálně připravených vzorcích. Na dobu procesu byla na vzorek nanесena křemíková destička, po jejímž sejmutí se objevil čistý, původní povrch. Pomocí profilometru byl změřen skok mezi vrstvou a podkladem, který odpovídá tloušťce vrstvy.

Zkoušeny byly vzorky č. 3, 4, 5, 6. Názorný diagram, který ukazuje odstup mezi vrstvou a podkladem pro vzorek č. 3, je znázorněn na Obr.33. Výsledky tloušťky vrstev pro jednotlivé vzorky byly shromážděny v Tab.16.

Tab.16. *Výsledky měření tloušťky vrstev.*

Č. vzorku	Vzorek	Tloušťka vrstvy [μm]
3	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD	$0,140 \pm 0,05$
4	AlSi9Cu3 modifikovaná RF-PACVD	$0,330 \pm 0,08$
5	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD/DC	$1,00 \pm 0,1$
6	AlSi9Cu3 modifikovaná RF-PACVD/DC	$1,00 \pm 0,1$



Obr.33. *Údaj z profilometru udávající tloušťku vrstvy.*

3.3.3. Tribologická zkouška – „Ball-On-Disc”.

Zkouška „Ball-On-Disc” byla provedena na zařízení Tester T-11, spojeném s počítačem. Jde o typické stanovištní zařízení pro stanovení základních tribologických vlastností, tzn. součinitele tření a odolnosti vůči opotřebení a otěru. Zkouška spočívá v tom, že k vzorku, který se otáčí stálou rychlostí, je přikládáno vnikací tělísko zatížené danou silou a měří se síla tření a délka pohybu vnikacího tělíska.

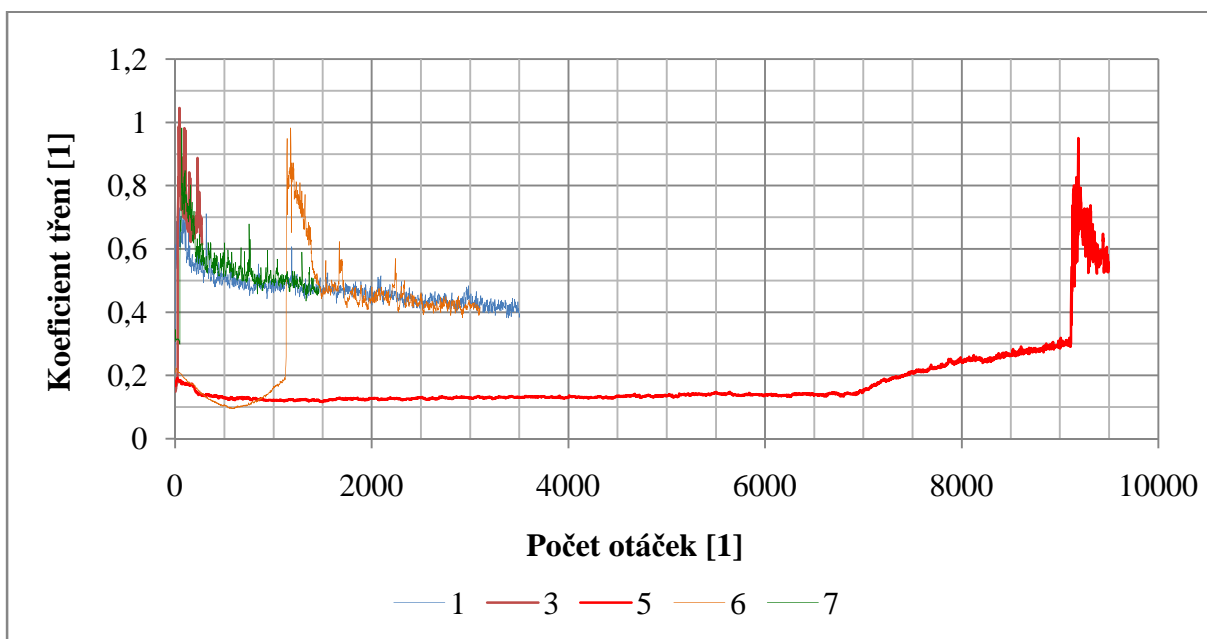
Zkoušeny byly vzorky č. 1, 3, 5, 6, 7. Parametry zkoušky jsou uvedeny v Tab.17. Výsledkem zkoušky jsou srovnávací diagramy součinitele tření a pohybu vnikacího tělíska v závislosti na počtu otáček. Počet otáček je u jednotlivých zkoušek různý vzhledem k velmi rychlému opotřebování některých vzorků, a tím pádem i neúčelnosti dalšího pokračování zkoušky.



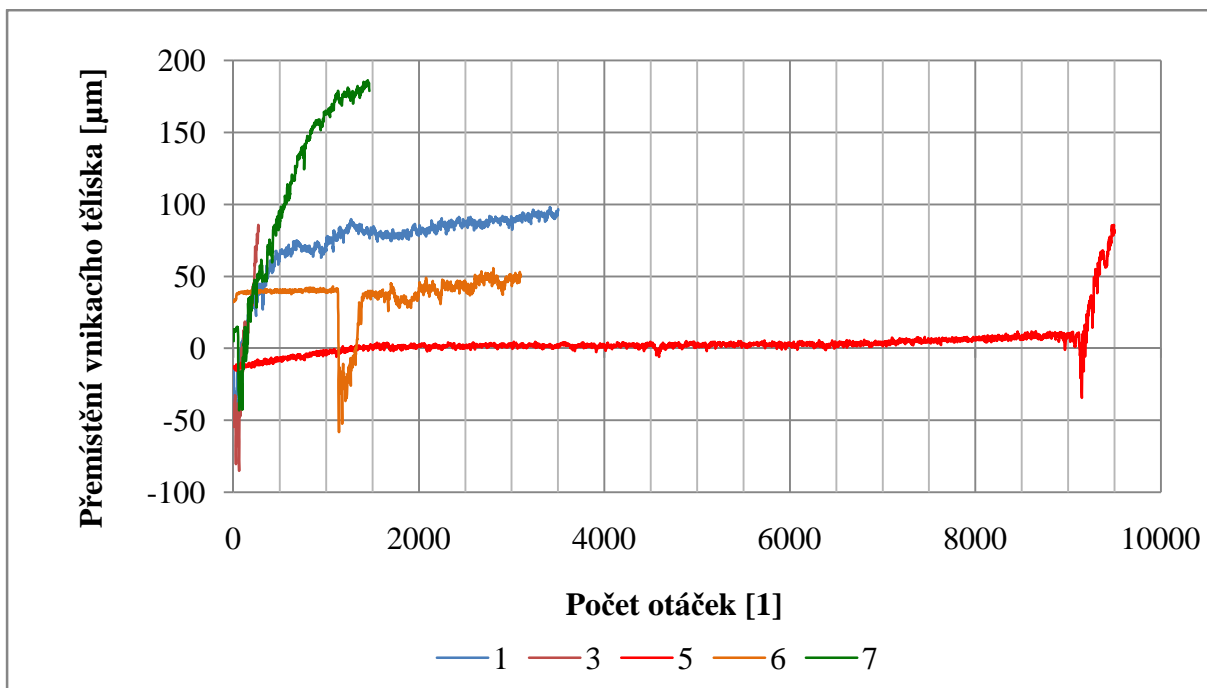
Obr.34. Tribotester Tester T-11. Laboratoř
Lodžské polytechniky.

Tab.17. Parametry zkoušky „Ball-On-Disk”.

Zatížení	1 kg
Lineární rychlost	0,1 m/s
Rychlost otáčení	119 obr/min
Poloměr upevnění kuličky	8 mm
Druh kuličky	Si ₃ N ₄ , Ø 6,35 mm



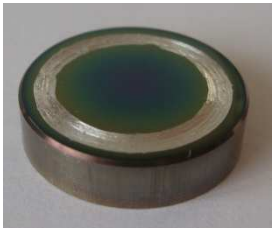






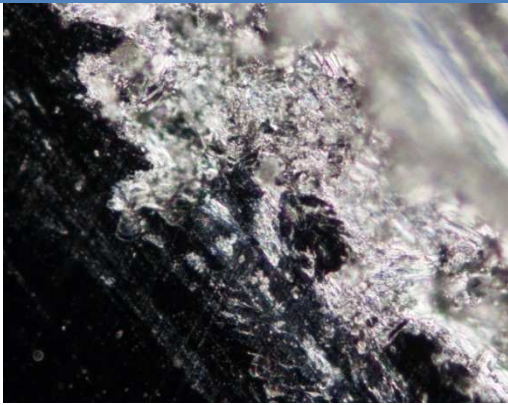

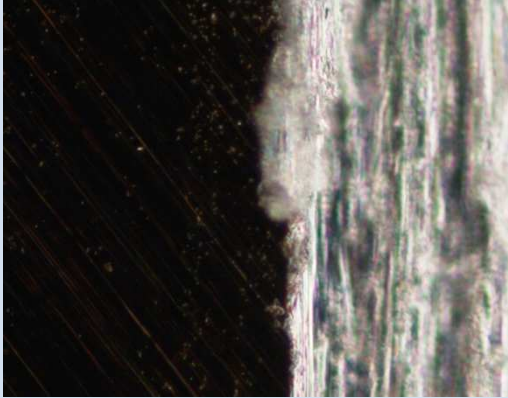
Obr.35. Srovnávací diagram závislosti změn koeficientu tření na rychlosti otáček při zkoušce „Ball-On-Disk” pro vzorky č. 1, 3, 5, 6, 7.



Obr.36. Srovnávací diagram závislosti změn hloubky pohybu vnikacího tělíska na počtu otáček při zkoušce „Ball-On-Disk” pro vzorky č. 1, 3, 5, 6, 7.

Tab.18. Porovnání vzorků po zkoušce Ball-On-Disc a mikroskopické fotografie místa opotřebení.

Č. vzorku	Popis vzorku	Makroskopická fotografie	Mikroskopická fotografie x500
1	AlCu4PbMg bez vrstvy		
3	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD		
5	AlCu4PbMg modifikovaná RF- PACVD/DC		

6	AlSi9Cu3 modifikovaná RF- PACVD/DC		
7	AlCu4PbMg modifikovaná MW/RF- PACVD		

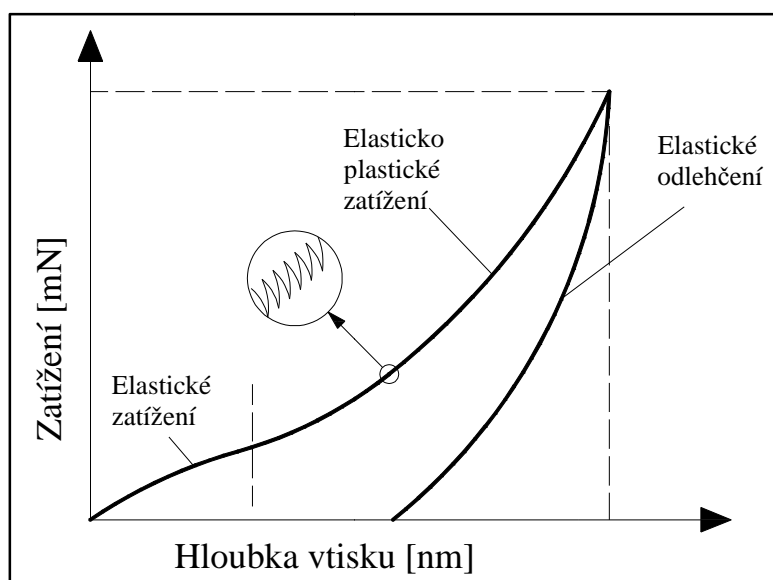
3.3.4. Zkouška nanotvrdosti

Zkouška nanotvrdosti byla provedena pomocí nanoindentoru G200. Problém se stanovováním vlastností horních vrstev vyplývá z jejich obvykle velmi malé tloušťky, což vyžaduje velice přesné měřicí přístroje a příslušný měřicí postup. Při zkoumání nanotvrdosti je vzorek vystaven oscilačnímu zatížení se stanovenou amplitudou a frekvencí. Zařízení registruje dynamickou reakci materiálu na takové zatížení a měří tvrdost jako funkci zatížení. Takové řešení vylučuje chyby měření související se změnou povrchu vtisku po odlehčení a jeho nepřesným měřením, což se stává při tradiční metodě měření tvrdosti. Nanoindentor G200 navíc dovoluje kontrolované zadávání zátěže od 10mN a umístění s přesností na 1μm.

Zkoušeny byly vzorky č. 3, 4, 5. Výsledkem zkoušky jsou hodnoty tvrdosti a Youngova modulu shromážděné v Tab.19., a také diagramy tvrdosti a Youngova modulu v závislosti na vzdálenosti od povrchu.



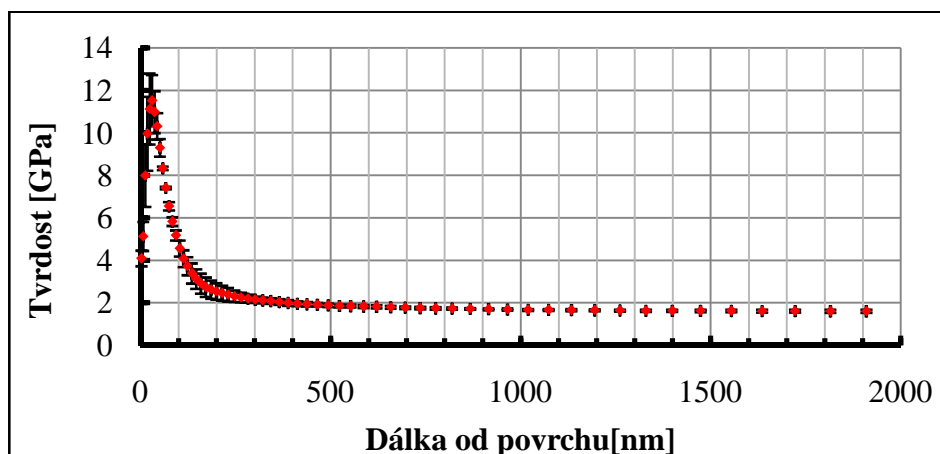
Obr.37. Nanoindenter G200. Laboratoř PŁ.



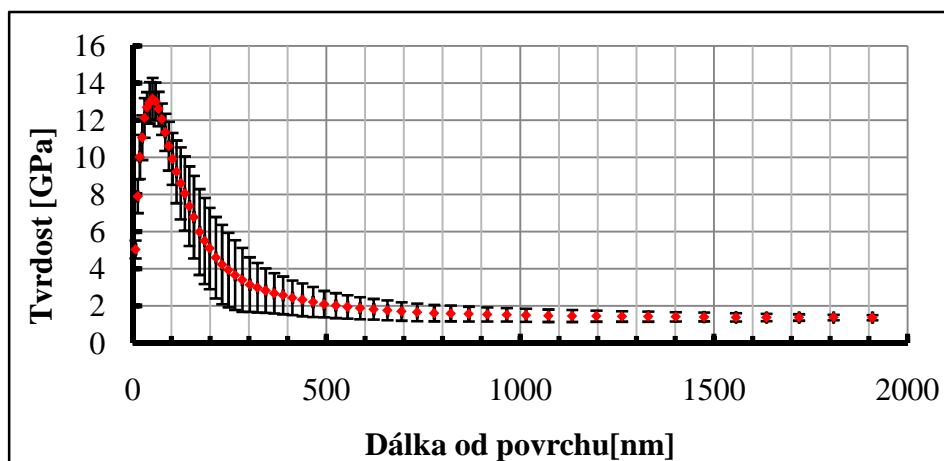
Obr.38. Schéma průběhu zatížení v závislosti na průniku vnikacího tělíska [42].

Tab.19. Průměrné hodnoty Youngova modulu E a nanotvrdosti pro vzorky označené čísly 3,4,5.

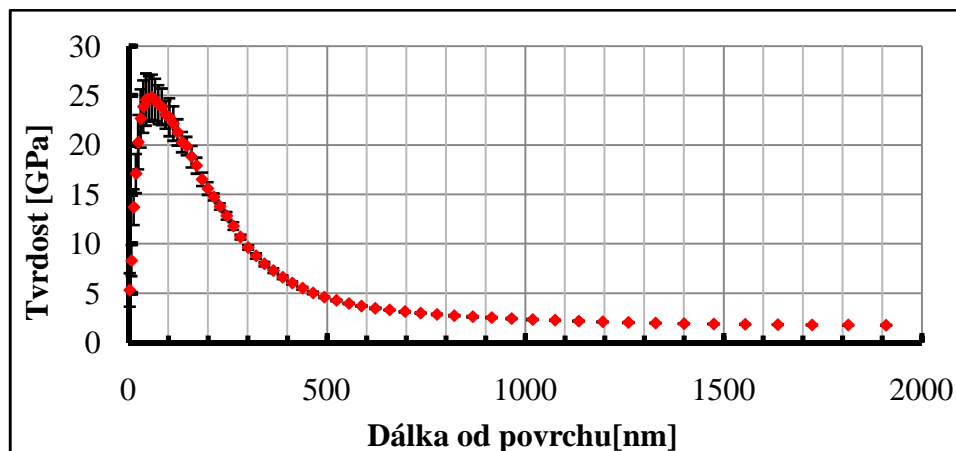
Č. vzorku	Popis vzorku	E [GPa]	Tvrdost (Berkovich) [GPa]
3	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD	102,173±21,3	11,080±1,3
4	AlSi9Cu3 modifikovaná RF-PACVD	100,399±17,4	12,181±1,6
5	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD/DC	164,197±26,7	24,552±3,7



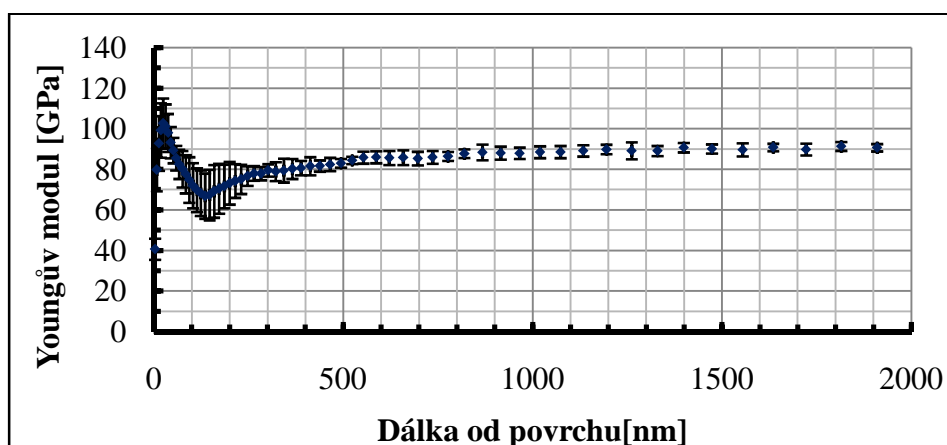
Obr.39. Diagram změny tvrdosti jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 3.



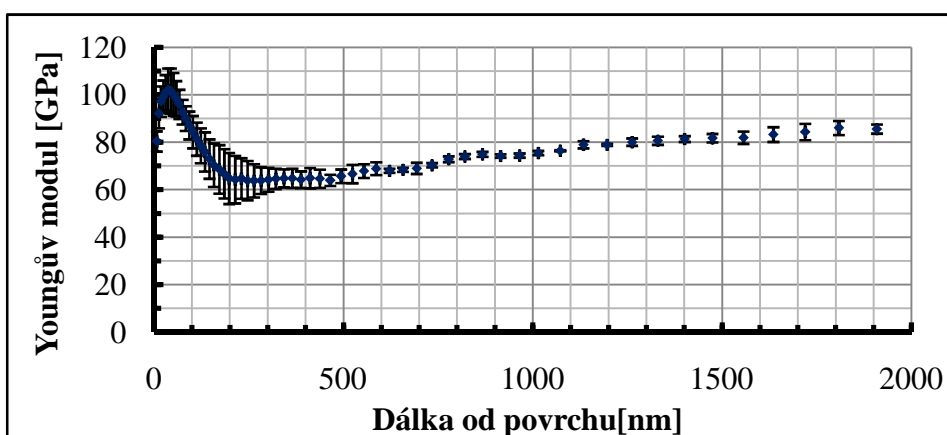
Obr.40. Diagram změny tvrdosti jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 4.



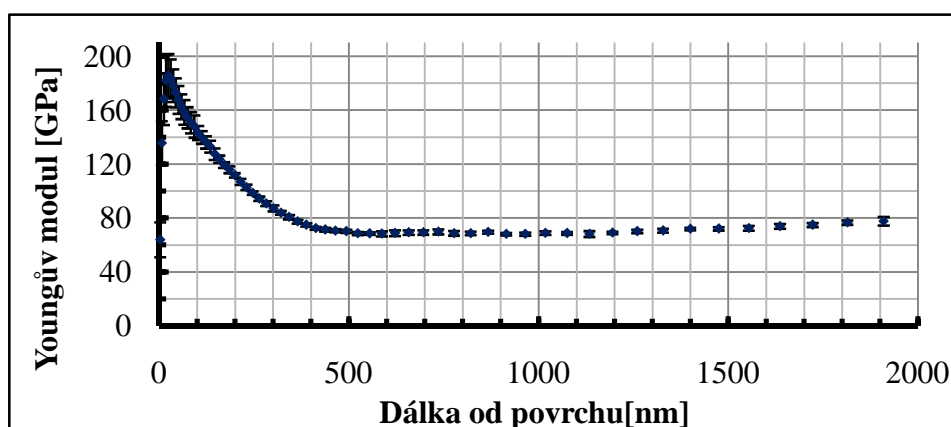
Obr.41. Diagram změny tvrdosti jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 5.



Obr.42. Diagram změny Youngova modulu jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č.3.



Obr.43. Diagram změny Youngova modulu jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 4.



Obr.44. Diagram změny Youngova modulu jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 5.

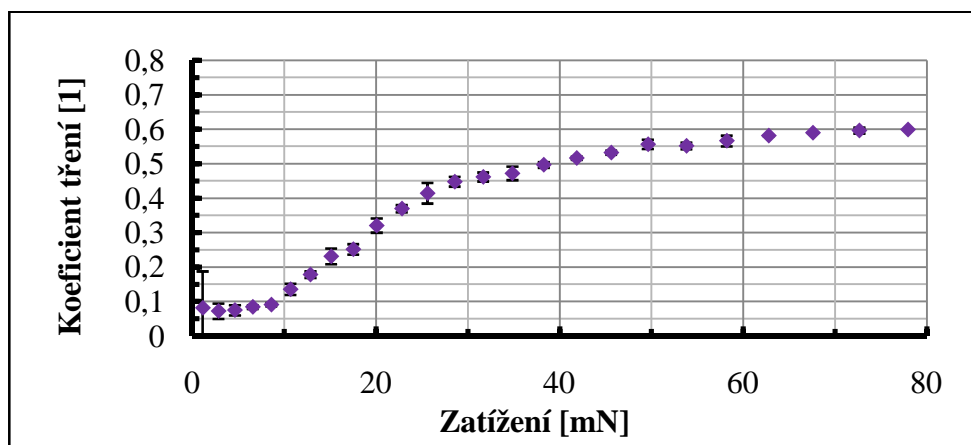
3.3.5. Zkouška adheze – „scratch test”

Zkouška adheze byla provedena pomocí nanoindentoru G200. Toto zařízení umožňuje provést, kromě zjištění tvrdosti, také zkoušku „scratch test. Principem této zkoušky je vytvoření vrypu zkušebním tělískem (v této zkoušce Berkovicha) zatíženým silou, která se s časem lineárně zvětšuje, na rovnoměrně se pohybujícím vzorku s vrstvou. Měří se síla zatížení a rostoucí síla tření, což umožňuje stanovit sílu, která strhává vrstvu.

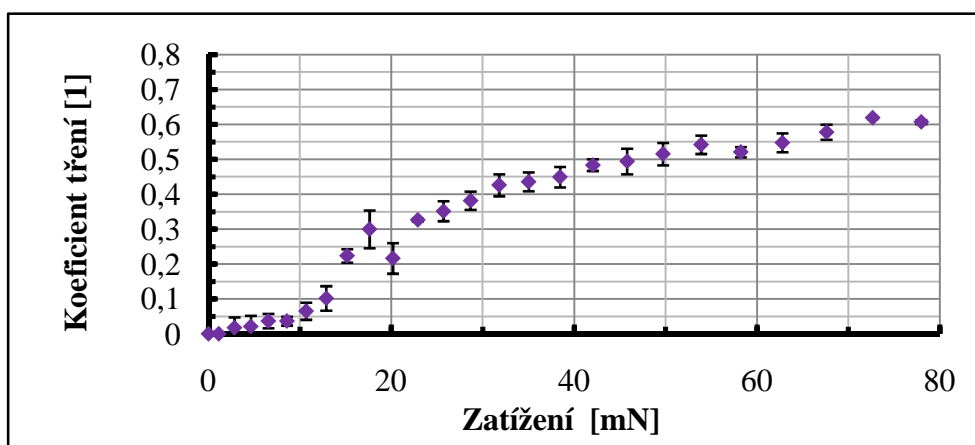
Zkoušeny byly vzorky č. 3, 4, 5. Výsledkem zkoušky jsou hodnoty síly, která strhává vrstvu, uvedené v Tab.20. a diagramy závislosti součinitele tření a hloubky průniku vnikacího tělíska na síle.

Tab.20. *Hodnoty síly, která strhává vrstvu.*

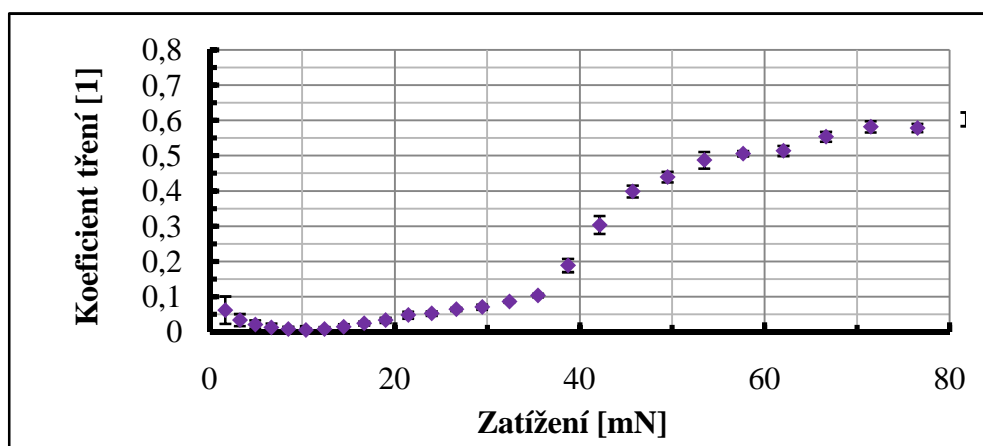
Č. vzorku	Popis vzorku	F [mN]
3	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD	10±2,6
4	AlSi9Cu3 modifikovaná RF-PACVD	14±2,1
5	AlCu4PbMg modifikovaná RF-PACVD/DC	37±2,2



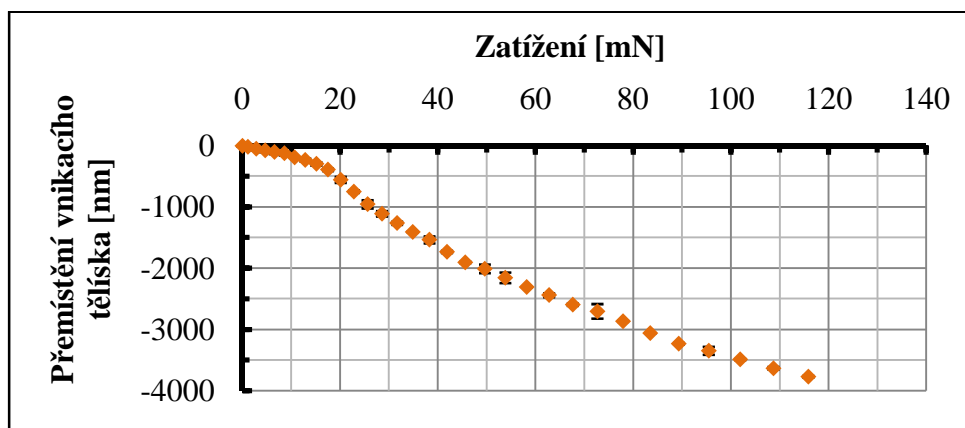
Obr.45. Diagram závislosti změny součinitele tření na síle pro vzorek č. 3.



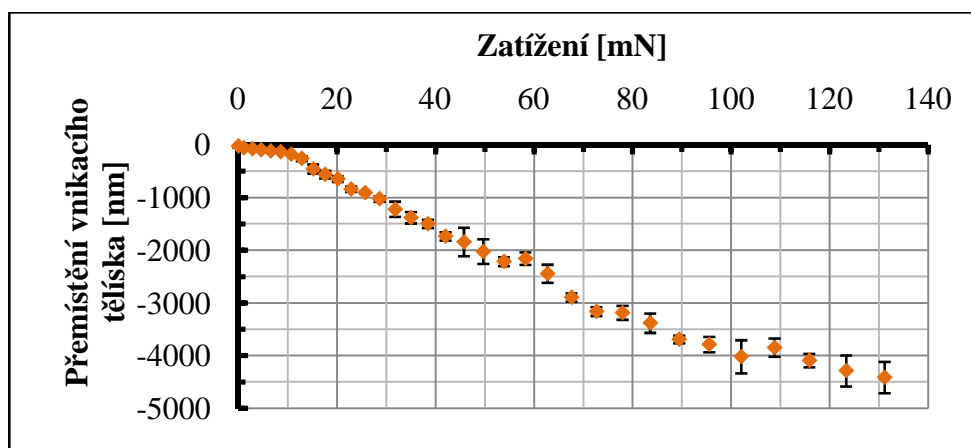
Obr.46. Diagram závislosti změny součinitele tření na síle pro vzorek č. 4.



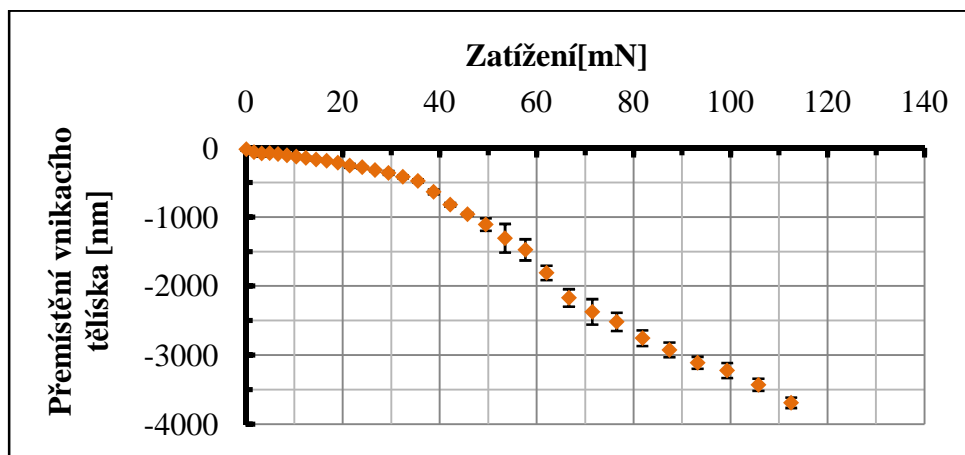
Obr.47. Diagram závislosti změny součinitele tření na síle pro vzorek č. 5.



Obr.48. Diagram závislosti změny průniku vnikacího tělíka na síle pro vzorek č. 3.



Obr.49. Diagram závislosti změny průniku vnikacího tělíka na síle pro vzorek č. 4.



Obr.50. Diagram závislosti změny průniku vnikacího tělíka na síle pro vzorek č. 5.

IV. DISKUSE VÝSLEDKŮ A SHRnutí

Slitiny hliníku AlCu4PbMg a AlSi9Cu3 se všeobecně používají při výrobě strojů a vozidel, avšak jako povrchově nemodifikované součástky se nehodí pro použití v podmínkách tření, což dokazují výsledky zkoušek Ball-On-Disc (Obr.24-25).

Pozorování vzorků pomocí optického mikroskopu dovoluje konstatovat, že vrstvy vytvořené metodou RF-PACVD/DC (vzorky č. 5,6), RF-PACVD (vzorky č. 3,4) a MW/RF-PACVD (vzorek č. 7) jsou spojitě, bohužel tloušťka vzorků č. 3,4,7 se liší na celém povrchu.

Zvýšenou drsnost vrstvy v poměru k drsnosti podkladu vykazují vzorky s vrstvou Ti:C (parametr R_{max} činí 0,96 pro vzorek č. 5 a 0,45 pro vzorek č. 6). Může to být způsobeno tím, že tyto vrstvy jsou poměrně silné. Ke zvýšené drsnosti mohl přispět také specifický charakter procesu RF-PACVD/DC, při kterém dochází k odtrhávání částic uhlíku ze stěn komory, které jsou po dopadu na vzorek zapracovány do vrstvy.

Na základě měření tloušťky vrstev (Tab.16.) vzorků č. 3,4 s pomocí profilometru byl zjištěn přibližně rovnoměrný nárůst tloušťky vrstvy v závislosti na délce procesu. Taková zkouška je zatížena velkou chybou vzhledem k většímu nárůstu vrstvy kolem křemíkové destičky a sugestivní čtení výsledků.

Zkouška Ball-On-Disc potvrdila velmi slabé tribologické a odolnostní vlastnosti vrstev podobných diamantu, vytvořených na hliníku pomocí metod RF-PACVD a MW/RF-PACVD. Vzorky č. 3,7 se zadřely ve velmi krátké době před dosažením tisíce otáček. Rozhodně lepší vlastnosti byly dosaženy u vrstev vytvořených metodou RF-PACVD/DC. Vzorek č. 6 dosáhl součinitele tření cca 0,1 a zadřel se po cca 1100 otáčkách. Vzorek č. 5 dosáhl součinitele tření cca 0,13. K vizuálnímu zničení vrstvy došlo po 7000 otáčkách, zatímco k úplnému zadření po 9000 otáčkách, což je s ohledem na velmi těžké podmínky zkoušky suchého tření dobrý výsledek.

Hodnoty tvrdosti a Youngova modulu (Tab.19) u vzorku č. 5 (vrstva Ti:C vytvořená metodou RF-PACVD/DC) jsou dostatečné pro mnohé použití. Tvrdosti vrstev vzorků č. 3,4 jsou nízké, což plyne z jejich velmi nízké tloušťky nebo malého obsahu diamantové fáze (pro vrstvy DLC s tloušťkou 1 μm na hliníku v [8] bylo dosaženo dvakrát vyšší tvrdosti).

Adheze vrstev podobných diamantu k podkladu je u vzorků č. 3,4 slabá, což plyne z krajně různých vlastností podkladu a vrstvy (hlavně tvrdosti), což s sebou přináší velmi vysoké pnutí ve vrstvě a na hranici fází. Pnutí ve vrstvě Ti:C vytvořené metodou RF-

PACVD/DC jsou značně menší vzhledem k přítomnosti přechodné titanové vrstvy (mezivrstva Ti s tloušťkou 100 nm a mezivrstva s gradientním složením Ti-C s tloušťkou 50 nm) s přechodnými vlastnostmi. Hodnota síly strhávající vrstvu Ti:C z hliníkového podkladu činí u vzorku č. 5 až 37 mN (Tab.20).

Nejlepší výsledky z obou materiálů a tří metod byly získány pro dural AlCu4PbMg a vrstvu Ti:C vytvořenou metodou RF-PACVD/DC. Vysoká tvrdost a značná odolnost kompozitní vrstvy vůči opotřebení třením vybízí k dalším výzkumům materiálové kombinace tohoto typu, která by mohla najít využití v málo zatížených součástech různých mechanismů. Za účelem zvýšení adheze a odolnosti vůči opotřebení je třeba před vytvořením vrstvy podobné diamantu zpevnit podklad. Lze to provést vyrobením kompozitního materiálu v rámci dvouetapového postupu. První etapou by mělo být anodování III. typu, při kterém vzniká tvrdá vrstva Al_2O_3 , pevně spojená s podkladem a další pak vytvoření vrstvy podobné diamantu s velmi dobrými tribologickými vlastnostmi – podobně jako při povlakování oxidových vrstev teflonem.

Myšlenka modifikace povrchu hliníku, který je lehkým, odolným a snadno dostupným materiálem, se zdá být velmi slibná. Příští výzkumy by se měly zaměřit na konkrétní použití hliníkových součástek s vrstvou podobnou diamantu a využít vhodně zvolené techniky výzkumu, které prověřují vlastnosti, které jsou nejdůležitější při práci ve skutečných podmínkách (příkladem může být ochranná vrstva proti opotřebení otěrem a vypalováním na hliníkovém pístu spalinového motoru a výzkum opotřebení v mazných bodech za zvýšené teploty).

V. ZÁVĚR

V současnosti existuje celá řada konstrukčních materiálů, včetně materiálů používaných pro technologické horní vrstvy. Dynamický rozvoj technologie v mnoha oborech, např. v automobilovém průmyslu podněcuje k vývoji stále nových materiálových řešení s vysokými technickými parametry, které jsou ideální pro jednotlivá použití.

Cílem mé práce bylo ověření možnosti vytváření vrstev podobných diamantu na hliníkovém podkladu pro technické použití.

Tato práce se skládá ze dvou hlavních částí. Teoretická část se zabývá popisem hliníku jako konstrukčního materiálu a otázkami týkajícími se modifikace povrchu a metodikou tribologických zkoušek. Obsahuje také krátkou charakteristiku metod CVD využívaných při výrobě vrstev podobných diamantu. Praktická část obsahuje charakteristiku provedených výzkumů a výsledky uvedené v tabulkách a v podobě diagramů. Cílem těchto výzkumů bylo stanovení standardních mechanických a tribologických vlastností, kterými se vyznačují vyrobené vrstvy:

- Pozorování vzorků pod optickým mikroskopem umožnilo stanovit strukturu podkladu (kapitola 3.1.1.), stejnorodost vrstev (Tab.14.) a definovat charakteristiku opotřebení po zkoušce Ball-On-Disc (Tab.18.).
- Měření profilometrem umožnilo stanovit drsnost vrstev (Tab.15.) a definovat orientační tloušťku vrstev (Tab.16.).
- Tribologické vlastnosti vrstev byly zjištěny metodou Ball-On-Disc (Obr.35-36).
- Na nanoindentoru G200 bylo provedeno měření nanotvrdosti a Youngova modulu vrstev (Tab.19., Obr.39-44.).
- Poslední zkouškou bylo stanovení adheze vrstvy k podkladu pomocí scratch testu (Tab.20., Obr.45-50.).

Tato práce byla vypracována v rámci programu EU: LLP-Erasmus – Liberec 2007/2008.

VI. SEZNAM OBRÁZKŮ A TABULEK

- Obr.1.** Využití roční světové výroby hliníku v průmyslu [9].
- Obr.2.** Znázornění velikosti roční výroby čtyř materiálů vyráběných v největším množství na světě. Hodnoty jsou uvedeny v milionech kubických metrů [38].
- Obr.3.** Hliníkový tlakový odlitek bloku motoru Škody Fabia.
- Obr.4.** Hliníkový prstencový píst značky PC Pistons [34].
- Obr.5.** Turbodmychadlo značky VTG [35].
- Obr.6.** Součástky podrobené anodické oxidaci II. typu s barvením [16].
- Obr.7.** Součástka po tvrdé anodické oxidaci [16].
- Obr.8.** Schéma stanoviště anodické oxidace [36].
- Obr.9.** Fotografie průřezu gradientní vrstvou [23].
- Obr.10.** Vrstva Al_2O_3 se zavedenými částicemi Cu (tmavší oblast sférického tvaru), zvětšení 200x, optický mikroskop [2].
- Obr.11.** Schémata typických třecích konfigurací v tribometrech [30,33].
A: konfigurace váleček – dva hranoly, B: konfigurace půlpánve – kroužek, C: konfigurace tři válečky – kužel, D: čtyřkulový přístroj, E: ball on disc, F: pin on disc, G: konfigurace váleček – kostka, H: dvojice ozubených kol, I: simulace specifického třecího uzlu (vačkový mechanismus).
- Obr.12.** Schéma zařízení pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD [39].
- Obr.13.** Stanoviště pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD. Laboratoř TUL.
- Obr.14.** Schéma zařízení pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD/DC [4].
- Obr.15.** Stanoviště pro nanášení vrstev metodou RF-PACVD/DC. Laboratoř PŁ.
- Obr.16.** Schéma zařízení pro nanášení vrstev metodou MW/RF-PACVD [20].
- Obr.17.** Stanoviště pro nanášení vrstev metodou MW/RF-PACVD. Laboratoř PŁ.
- Obr.18.** Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3 , zvětšení x 200.
- Obr.19.** Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3 , zvětšení x 200.
- Obr.20.** Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3 , zvětšení x 200.
- Obr.21.** Mikroskopická fotografie hliníku AlSi9Cu3 , zvětšení x 500.
- Obr.22.** Názorné údaje z profilometru pro vzorek AlCu4PbMg .
- Obr.23.** Názorné údaje z profilometru pro vzorek AlSi9Cu3 .
- Obr.24.** Diagram změny koeficientu tření podle počtu otáček pro vzorek AlCu4PbMg bez vrstvy.

- Obr.25.** *Diagram přemístění vnikacího tělíska podle počtu otáček během zkoušky Ball-On-Disk pro vzorek AlCu4PbMg bez vrstvy.*
- Obr.26.** *Optický mikroskop Nikon EPIPHOT 200. Laboratoř TUL.*
- Obr.27.** *Profilometr Hommelwerke Tester T1000. Laboratoř Lodžské polytechniky.*
- Obr.28.** *Geometrická interpretace parametru Ra [37].*
- Obr.29.** *Určení veličin potřebných pro stanovení parametru Rz [37].*
- Obr.30.** *Porovnání parametru Ra vzorků po různých modifikacích povrchu.*
- Obr.31.** *Porovnání parametru Rz vzorků po různých modifikacích povrchu.*
- Obr.32.** *Porovnání parametru Rmax vzorků po různých modifikacích povrchu.*
- Obr.33.** *Údaj z profilometru udávající tloušťku vrstvy.*
- Obr.34.** *Tribotester Tester T-11. Laboratoř Lodžské polytechniky.*
- Obr.35.** *Srovnávací diagram závislosti změn koeficientu tření na rychlosti otáček při zkoušce „Ball-On-Disk” pro vzorky č. 1, 3, 5, 6, 7.*
- Obr.36.** *Srovnávací diagram závislosti změn hloubky pohybu vnikacího tělíska na počtu otáček při zkoušce „Ball-On-Disk” pro vzorky č. 1, 3, 5, 6, 7.*
- Obr.37.** *Nanoindentor G200. Laboratoř PŁ.*
- Obr.38.** *Schéma průběhu zatížení v závislosti na průniku vnikacího tělíska [42].*
- Obr.39.** *Diagram změny tvrdosti jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 3.*
- Obr.40.** *Diagram změny tvrdosti jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 4.*
- Obr.41.** *Diagram změny tvrdosti jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 5.*
- Obr.42.** *Diagram změny Youngova modulu jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 3.*
- Obr.43.** *Diagram změny Youngova modulu jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 4.*
- Obr.44.** *Diagram změny Youngova modulu jako funkce průniku vnikacího tělíska pro vzorek č. 5.*
- Obr.45.** *Diagram závislosti změny součinitele tření na síle pro vzorek č. 3.*
- Obr.46.** *Diagram závislosti změny součinitele tření na síle pro vzorek č. 4.*
- Obr.47.** *Diagram závislosti změny součinitele tření na síle pro vzorek č. 5.*
- Obr.48.** *Diagram závislosti změny průniku vnikacího tělíska na síle pro vzorek č. 3.*
- Obr.49.** *Diagram závislosti změny průniku vnikacího tělíska na síle pro vzorek č. 4.*
- Obr.50.** *Diagram závislosti změny průniku vnikacího tělíska na síle pro vzorek č. 5.*

- Tab.1.** Vybrané vlastnosti hliníku [3]. V závorkách jsou uvedeny maximální hodnoty dosahované některými slitinami [9].
- Tab.2.** Příklady hodnot parametrů procesu tvrdé anodické oxidace v roztoku kyseliny sírové a získané hodnoty vrstvy [15].
- Tab.3.** Vybrané vlastnosti různých forem uhlíku [19,6].
- Tab.4.** Vlastnosti vrstvy vyrobené laserovým spékáním ve srovnání s jinými metodami [24].
- Tab.5.** Chemické složení slitiny AlCu4PbMg [40,41].
- Tab.6.** Chemické složení slitiny AlSi9Cu3 [40,41].
- Tab.7.** Výsledky měření tvrdosti hliníku AlCu4PbMg Brinellovou metodou.
- Tab.8.** Výsledky měření tvrdosti hliníku AlSi9Cu3 Brinellovou metodou.
- Tab.9.** Průměrné hodnoty Ra, Rz, Rmax pro vzorky AlCu4PbMg a AlSi9Cu3.
- Tab.10.** Zkušební parametry Ball-On-Disk pro vzorek AlCu4PbMg.
- Tab.11.** Parametry procesu RF-PACVD nanášení vrstev na vzorky č. 3 a 4.
- Tab.12.** Parametry procesu RF-PACVD nanášení vrstev na vzorky č. 5 a 6.
- Tab.13.** Parametry procesu MW/RF-PACVD nanášení vrstvy na vzorek č. 7.
- Tab.14.** Porovnání vzorků s nanesenými vrstvami a mikroskopické fotografie povrchu.
- Tab.15.** Průměrné hodnoty parametrů Ra, Rz, Rmax.
- Tab.16.** Výsledky měření tloušťky vrstev.
- Tab.17.** Parametry zkoušky „Ball-On-Disk”.
- Tab.18.** Porovnání vzorků po zkoušce Ball-On-Disk a mikroskopické fotografie místa opotřebení.
- Tab.19.** Průměrné hodnoty Youngova modulu E a nanotvrdosti pro vzorky označené čísly 3,4,5.
- Tab.20.** Hodnoty síly, která strhává vrstvu.

VII. LITERATURA

- [1] SZCZEPANIAK C. *Motoryzacja na przełomie epok*. Warszawa – Łódź 2000
- [2] URL <<http://uranos.cto.us.edu.pl/~knm/index.htm>> 10.02.2008
- [3] DOBRZAŃSKI L. A. *Materiały inżynierskie i projektowanie materiałowe. Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*. Wydawnictwo Naukowo – Techniczne, Warszawa 2006
- [4] BATORY D., CŁAPA M., MITURA S. *Warstwy gradientowe Ti:C wytwarzane w plazmie RF PACVD z udziałem rozpylania magnetronowego*. Inżynieria Materiałowa NR 5/2006
- [5] CZYŻNIEWSKI A. *Powłoki DLC w zastosowaniu do pokrywania elementów maszyn*. Inżynieria Materiałowa NR 6/2003
- [6] HAUERT R. *An overview on the tribological behavior of diamond-like carbon in technical and medical applications*. Tribology International. 37 (2004)
- [7] GÅHLIN R., LARSSON M., HEDENQVIST P. *ME-C:H coatings in motor vehicles*. Wear 249 (2001)
- [8] RAVI N.[et al.]: *Deposition of diamond-like carbon films on aluminum substrates by RF PE CVD technique: Influence of process parameters*. Diamond & Related Materials 16 (2007)
- [9] MICHNA Š.[et al.]: *Encyklopedie hliníku*. Prešov 2005
- [10] JEZNACKI J. *Materiałoznawstwo samochodowe*. WKŁ Warszawa 1982.
- [11] KOSIEWICZ T. *Materiały i półwyroby w budowie samochodów*. WNT Warszawa 1962
- [12] URL <http://pl.wikipedia.org/wiki/Blok_silnika> 1.02.2008
- [13] PIETROWSKI S. *Krystalizacja struktura i właściwości siluminów tłokowych*. Łódź 1999
- [14] URL <<http://pl.wikipedia.org/wiki/Anodowanie>> 10.02.2008
- [15] SKONECZNY W. *Kształtowanie właściwości warstw wierzchnich aluminium i jego stopów metoda anodowania twardego*. Bielsko – Biała 2001
- [16] URL <<http://anodowanie.of.pl/nego>> 10.02.2008
- [17] Zakład inżynierii powłok PŁ, Instrukcja do ćwiczeń *Osadzanie powłok nanokrystalicznego diamentu metodą CVD*.
- [18] MITURA S., NIEDZIELSKI P., WALKOWIAK B. *Nanodiam* PWN, Warszawa 2006

- [19] ROBERTSON J. *Mechanical properties and structure of diamond-like carbon* Diamond and Related Materials, Volume 1, 1992
- [20] KACZOROWSKI W., NIEDZIELSKI P., CŁAPA M., MITURA S. *Charakteryzacja warstw węglowych wytwarzanych metodą MW/RF PACVD*. Inżynieria materiałowa NR 5/ 2005
- [21] CŁAPA M., MITURA A., MITURA S., NIEDZIELSKI P. *Kolorowe warstwy węglowe*. Inżynieria materiałowa Nr 6 / 2000
- [22] URL <<http://www.pwkozlowski.pl/nowosci.html>> 20.02.2008
- [23] MING XU, XUN CAI, YOUMING LIU, SHIHAO PU, PAUL K. CH. *Tribological properties of graded diamond-like carbon films on Ti ion-implanted aluminum substrates*. Diamond & related materials 2008
- [24] RAJEEV NAIR, WENPING JIANG, PAL MOLIAN, *Synthesis of diamond-like carbon coatings on aluminum 6061 T-91 substrates by laser sintering of ultra-nanocrystalline diamond powders*. Surface & Coatings Technology 2007
- [25] TOMASSI P. *Warstwy kompozytowe tlenek glinu – metal otrzymywane metodą elektrochemiczną*. Inżynieria powierzchni NR 1 – 1999
- [26] BETIUK M., SENATORSKI J., BURDYŃSKI P., PRZYWÓZKI A., POKORSKA I. *Modyfikacja powierzchni stopów aluminium i miedzi technologią duplex – Galwanotechnika i PVD*. Inżynieria Materiałowa NR 5/2006
- [27] SERBIŃSKI W. *Tribologiczne warstwy powierzchniowe mangan – azot wytwarzane na stopach aluminium z krzemem*. Inżynieria Materiałowa NR 3/2006
- [28] J. WOHL, C. PFOHL, K.-T. RIE, A. GEBAUER-TEICHMANN, S.K. KIM *Deposition of TiCN and ZrCN layers on light metals by PACVD method using radio frequency and pulsed-DC plasma*. Surface & Coatings Technology 131, 2000
- [29] E.S. PUCHI-CABRERA [et al.] *Fatigue behavior of AA7075-T6 aluminum alloy coated with ZrN by PVD*. International Journal of Fatigue 2007
- [30] KULA P. *Inżynieria warstwy wierzchniej*. Łódź 2000
- [31] URL <<http://www.plazma.efuturo.pl/cvd.htm>> 21.03.208
- [32] KACZOROWSKI W., NIEDZIELSKI P., MITURA S. *Warstwy węglowe wytwarzane w plazmie MW/RF*. Inżynieria materiałowa NR5/2006
- [33] SZCZEREK M., WIŚNIEWSKI M. *Tribologia i tribotechnika*. 2000
- [34] URL <<http://www.nipponpower.com/product.phtml?p=1001>> 4.04.2008
- [35] URL <<http://content.us.porsche-clubs.porsche.com>> 4.04.2008
- [36] URL <<http://www.artmetal.com/project/TOC/finishes/anodize.html>> 10.03.2008

- [37] URL <<http://www.pracownia.friko.pl/3/index.html>> 15.04.2008
- [38] URL<www.metale24.pl/statystyki_zestawienia/index_statystyki_zestawienia.asp>
1.02.2008
- [39] Zakład inżynierii powłok PŁ, Instrukcja do ćwiczeń *Parametry procesu plazmowego a oddziaływanie plazma - powierzchnia*.
- [40] Normy polskie PN-EN 573-3:2005, PN-EN 1706:2001.
- [41] Normy czeskie ČSN 42 4218, ČSN 42 4339.
- [42] URL <<http://www.microphotonics.com/nht.html>> 3.04.2008